

公告本

申請日期	86. 5. 27.
案 號	86107155
類 別	A61K 47/02, 47/06, 7/42, 7/02 Int. Cl <sup>6</sup>

A4  
C4

486369

(以上各欄由本局填註)

發 明 專 利 說 明 書		
一、發明 名稱	中 文	紫外線遮蔽性微粒子，其製造方法及化粧品
	英 文	ULTRAVIOLET SHIELDING FINE PARTICLES, METHOD FOR PRODUCING THE SAME, AND COSMETICS
	日 文	紫外線遮蔽性微粒子、その製造方法および化粧品
二、發明 人	姓 名	1.大島 賢太郎 2.小崎 俊二 3.今泉 義信 4.三宅 登志夫 5.傳 慶一 6.山木 和廣 7.菅原 智
	國 籍	均日本
三、申請人	住、居所	1.2.3.4.5. 日本國和歌山縣和歌山市湊1334番地 花王股份有限公司研究所內 6.7. 日本國東京都墨田區文花2-1-3 花王股份有限公司研究所內
	姓 名 (名稱)	日商花王股份有限公司
三、申請人	國 籍	日本
	住、居所 (事務所)	日本國東京都中央區日本橋茅場町一丁目14番10號
三、申請人	代 表 人 姓 名	常盤 文克

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

裝 訂 線

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
IPC分類：

A6  
B6

本案已向：

日本 國(地區) 申請專利，申請日期：1996.5.30. 案號：特平 8-160541 有 無主張優先權

有關微生物已寄存於： ，寄存日期： ，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

## 五、發明說明(1)

### 技術範圍：

本發明係有關實質上非具觸媒活性，且於紫外線區具高遮蔽能之紫外線遮蔽性微粒子，其製造方法及化粧料。

### 背景技術

到地球上之太陽光(紅外線，可見光線、紫外線)之中，5~6%為紫外線。紫外線已知波長短，因而為高能量之電磁波，對許多物質具分解性，給廣大生體帶來障害。

因而，紫外線遮蔽劑用於摻合於例如化粧品中，防護皮膚受到藉由紫外線之炎症及皮膚癌，混入塗料中防止受紫外線分解而褪色。此時，藉由提高可見光區之透明性，於化粧品之情形為防止浮白，又塗料之情形防止損壞來自顏料之色彩一面維持可見光區之透明性，一面進行紫外線防禦為所希望。

以有機化合物為有效成分之紫外線遮蔽劑有防止組合物透過對紫外線之特性吸收者，例如經取代之N，N'-雙芳族甲脒類所成之紫外線吸收性組合物(特公昭 61-09993 號公報)等。然而，有機系之紫外線遮蔽劑，具有吸收紫外光之同時受其之作用而分解之觀點，因此具經時性遮蔽能衰減之缺點。於應用於化粧品，由對人體之影響之點，可摻合之種類、摻合量亦受限，於限制內難以使表現高之機能。

一方面，用無機化合物之紫外線遮蔽劑，以無機微粒作為組合物摻合，防止組合物透過藉由對紫外線之吸收能及散射能。如此之無機系之紫外線遮蔽劑，組合物無經時性地劣化，且對人體之影響少之點，比有機系紫外線遮蔽劑

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明( ) 2

優越。然而，相對於有機系之紫外線蔽劑，無機系由於為粒子形式，至今，無機系一面維持可見光區之高透明性，一面進行紫外線之防禦為困難的。

為能一面維持可見光區光波長 400 ~ 800 nm 之高透明性，一面有效地使表現於紫外線區之遮蔽能，有必要使組合物超微粒化使成高分散狀態，提高紫外線遮蔽能。然而，使用超微粒之情形，起因於其之凝集性之超微粒之分散安定性及超微粒之觸媒活性成為問題。

為提高分散性，亦有將超微粒之表面覆蓋其他物質改變性質，例如有以覆蓋陰離子活性劑之微粒氧化鋅粉末摻合之化粧品(特公平 5-77644 號公報)，以陰離子活性劑覆蓋之超微粒氧化鋅粉末之製造法(特開昭 62-260716 號公報)等。於前記之公報，作為製造法，將粒子於水溶液中表面處理後，轉相於有機溶媒中，經過乾燥之過程，但製造過程多且複雜。又於前記之公報以外，有例如以界面活性劑覆蓋之金屬氧化物微粒所成之化粧品用組合物及其製造方法(特開昭 62-84017 號公報)。於此公報作為製造方法，將粒子於液相中表面處理後，經凝集過濾、洗淨、脫水、混合之過程，與前記記載之製造法相同，製造過程非常多且極為複雜。

於前記之公報以外，有藉由加熱由鋅或其化合物、含羧甲基之化合物及醇所成之混合物所得之氧化鋅微粒之製造(特開平 7-232919 號公報)，又使與含有選自鋅、鎳、鈰等之至少一種之酸性溶液及鹼性溶液反應，過濾、洗淨、乾燥、煅燒後，以矽油或脂肪酸表面處理所得之紫外線

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

### 五、發明說明 ( 3 )

遮蔽用複合氧化物及其製法(特開平 5-222317 號公報)等。於此等公報，於製造過程中必須有反應過程，伴隨控制反應之複雜性。

另外，於前記之公報以外，有含將例如平均粒徑 30 ~ 70 nm 大約球狀或不定形之氧化鈦以由特定量之矽酸水合物及氧化鋁水合物所成之混合水合物覆蓋處理，再以矽油將表面覆蓋處理所成之粉體為特徵之化粧品(特開平 2-247109 號公報)，但將粒子表面以矽油表面處理前，必須以矽酸水合物及氧化鋁水合物所成之混合水合物覆蓋處理之過程，伴隨控制混合水合物之反應之複雜性。

其次，作為防晒化粧品用之疏水性紫外線遮蔽劑，以提供微粒分散體為目的，有例如將含有油與二氧化鈦粒子及有機分散劑者於粒子粉碎介質之存在下粉碎所得之油分散體及其製造法(特公平 6-61457 號公報)，將含有油與氧化鋅、二氧化鈦及有機分散劑者於粒狀粉碎介質之存在下粉碎而得之防晒劑之製造方法(特開平 5-201844 號公報)，將含有油及氧化鋅及有機分散劑者於粒子粉碎介質之存在下粉碎，所得之氧化鋅粒子分散物(特開平 5-213618 號公報)等。於此等之公報，分散體中之粒子濃度由於為 30 % 以上之高濃度，製造困難，且分散體之安定性亦低。又，自觸感佳及作為化粧品之安定性佳等，由於無使用適宜摻合於防晒化粧品之矽油作為分散介質，又無使用適宜其矽油之分散劑，所以此等之分散體對防晒化粧品之摻合具有限制，粒子之分散性及分散體之安定性亦低。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明(4)

又，有例如將含二氧化鈦及具有適當之支鏈之有機化合物，於無分散輔助劑存在下粉碎所得之二氧化鈦分散液，化粧品組合物及其使用方法(特表平 8-507081 號公報)。於此公報，具有作為分散劑之作用之具支鏈之有機化合物被作為分散介質使用，被限制對化粧品料等之摻合。

於前記之公報以外，有例如使用介質攪拌粉碎機，以濕式粉碎或濕式解碎將有機矽化合物表面處理之微粒無機粉體摻合之化粧品(特開平 8-104606 號公報)，或由特定之烷烷氧基矽烷改質之微粒氧化鈦分散於疏水性溶媒或油劑之油分散體(特開平 8-119832 號公報)，摻合粒徑 0.1 微米以下之超微粒狀金屬氧化物、分散介質及分散劑，其超微粒之分散粒徑為 0.1 微米以下，其含有率為 10 重量%以上之化粧品(特開平 6-239728 號公報)等，但於此等之公報，由於使用矽氧烷及矽烷；所以須安燒在一起之過程。

又，於前記之公報以外，有例如將碳酸鋅加熱使生成氧化鋅燒結塊後與聚丙烯酸分散液一起粉碎所得之膠體狀氧化鋅(特表平 8-510440 號公報)。於此公報製造方法中須反應過程，可言伴隨控制反應之複雜性。

又，作為防晒化粧品用等之親水性紫外線遮蔽劑，以提供使超微粒安定分散之水性超微粒分散體為目的，有例如將含有水與針狀二氧化鈦及聚羧酸或其鹽之分散劑者於粒狀粉碎介質存在下粉碎所得之分散體(特開平 2-212315 號公報)，另外，於含作為分散媒之水、超微粒二氧化鈦及非離子性界面活性劑之水性分散體，有為將超微粒二氧化鈦

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明(5)

之粒子表面疏水化處理者之二氧化鈦水性分散體(特開平 7-247119 號公報)等，前記公報之微粒分散體為水性分散體。

為解決於使用以上之金屬氧化物微粒之紫外線遮蔽劑之種種課題，於紫外線遮蔽性複合微粒，其製造法及化粧品(國際公開公報 WO 95/09895，特開平 8-12961 號公報)，將具紫外線遮蔽能之微粒(子粒)與作為使分散地含有子粒之母體之微粒凝集體(母粒)複合化，著眼於兩者之能帶隙能，基於其之大小關係決定組合，以使最大限度地發揮超微粒所具有之光學特性為可能，開發具高之可見光透明性及紫外線之高遮蔽性之紫外線遮蔽劑。此紫外線遮蔽劑之特徵，由於除這些以外，改變母/子粒之材種及比率；可廣範圍地控制屈折率，所以使分散於種種介質中亦表現高透明性，不受形狀所左右而表現高透明性，由於微粒域之大小可容易地處置(輸送、表面處理、滲合等)，又由於不損害色彩所以可用於化粧品等。但是，藉由使用此紫外線遮蔽劑於化粧品，欲使紫外線遮蔽能特別大之情形，必須增加紫外線遮蔽劑之摻含量，於此情形，有決定不使複合微粒粉體之觸感太強而使化粧品之觸感變惡之摻合上限之必要。又於前記公報以外，有含有金屬化合物之中實多孔質矽珠，其製法及粉末除臭劑(特開平 4-65312 號公報)，氧化鋅聚合物複合體微粒，其製法及其用途(特開平 8-60022 號公報)，另外，由鋅中添加特定之金屬元素之結晶性共沈物所成之複合化之氧化鋅系微粒、其製法及用途(特開平 8-

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明( 6 )

253317 號公報)等，於前記公報中，與前記同樣地，使用此等之複合微粒於化粧品中，欲使紫外線遮蔽能大之情形，有必要增加複合微粒之摻含量，於此情形，有必要決定不使複合微粒粉體之觸感太過強而使化粧品之觸感變惡之摻合上限而使用。又，用於化粧品之情形，可謂有必要先抑制於複合微粒表面附近之超微粒所具有之觸媒活性。

因此，為解決起因於前記之摻合上限，產生紫外線遮蔽能之界限之課題及抑制複合微粒之觸媒活性能之課題，於紫外線遮蔽性複合微粒，其製造方法，及化粧品(特開平 9-100112 號公報)，於前記之紫外線遮蔽性複合微粒(國際公開公報 WO 95/09895，特開平 8-12961 號公報)之設計觀念上，另外地加上藉由減少複合微粒之平均粒徑而失去粉體之觸感提高摻合上限，特別擴大摻合之自由度，又以實質上無觸媒活性之無機物質覆蓋複合微粒表面而實質上抑制複合微粒之觸媒活性，解決此等問題。但是，於此公報(特開平 9-100112 號公報)，作為紫外線遮蔽性微粒之製造方法，將粒子表面處理後，必須使轉相分散於油劑中之過程，製造過程數多且複雜。

## 發明之揭示

本發明為解決於前記從來技術之紫外線遮蔽劑之種之課題。

亦即，本發明之目的為提供實質上被抑制觸媒活性，均一旦安定地分散於介質(例如化粧品及塗料等)中，具有紫外線區之高遮蔽性，且良好之處理性之紫外線遮蔽性微粒。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線



## 五、發明說明( 7 )

本發明之其他目的為提供該紫外線遮蔽性微粒之簡便之製造法。

本發明之另外之其他目的，為提供摻合該紫外線遮蔽性微粒所成之對皮膚觸感良好，有紫外線遮蔽能之安定性高之化粧品。

本發明者等對於具有 1 種或 2 種以上之紫外線遮蔽能之無機物質粒子，考慮於矽油中以變性矽酮及/或反應性矽酮系分散劑覆蓋該粒之表面所成之紫外線遮蔽性微粒，尤其著眼於具有紫外線遮蔽能之無機物質粒子，分散劑及分散介質之種類之組合，發現以高分散狀態使能將紫外線遮蔽性無機物質粒子之效果最大限度地發揮。亦即，使用與無機物質粒子之吸附性佳，且於矽油中分散能力高之變性矽酮及/或反應性矽酮系分散劑，藉於矽油中將具有紫外線遮蔽能之無機物質粒覆蓋，發現以高分散狀態，可使紫外線遮蔽性無機物質粒子之效果安定地最大限度地發揮。

另外，本發明者等於抑制具有紫外線遮蔽能之無機物質粒子之觸媒活性，發現藉由於矽油中以變性矽酮及/或反應性矽酮系分散劑覆蓋該粒子之表面，可實質上抑制其無機物質粒子之觸媒活性。因而，由於以變性矽酮及/或反應性矽酮系分散劑將無機物質粒子表面覆蓋，於粒子周圍之矽油及其他之分散介質，並無由於具紫外線遮蔽能之無機物質粒子之觸媒活性或光觸媒活性而劣化。

另外，本發明者等，將含 1 種或 2 種以上於一次粒子之狀態，及彼等於凝集之凝集粒子之狀態具紫外線遮蔽能之

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明( 8 )

無機物質粒子，與變性矽酮及/或反應性矽酮系分散劑，與矽油之混合原料液，藉由粉碎機處理及/或高壓分散處理，於粉碎或解碎無機物質粒子之同時可以變性矽酮及/或反應性矽酮系分散劑覆蓋無機物質粒子之表面，藉此簡便之方法，發現無機物質粒子可於矽油中，以一次粒子之狀態及彼等之凝集之凝集粒子之狀態高度分散。藉此，發現可得紫外線遮蔽性微粒之分散體，將此分散體乾燥，可得紫外線遮蔽性微粒之粉末，可得處理性佳、紫外線遮蔽性微粒之分散體及其之粉末。又，藉此方法之矽油中之無機物質粒子，由使用透過型電子顯微鏡觀察之結果，明白如同前記，為一次粒子與凝集粒子混在之構造。於本發明由於凝集粒子中亦併入矽油，所以無機物質粒子之凝集粒子之屈折率接近矽酮油之屈折率，有提高透明性之效果。另外，於此方法，藉由改變分散劑之種類、量及其添加方法，與粉碎機處理及/或高壓分散處理之條件，可控制分散粒徑，於微小之粒徑區，對於皮膚之觸感增進。於本說明書，「分散粒徑」亦指紫外線遮蔽性微粒之分散粒徑，具體言之，意指分散於矽油中之無機物質粒子之一次粒徑或凝集粒子之粒徑。

另外，本發明者等，於製備混合原料液時及/或粉碎機處理及/或高壓分散處理中或處理後，發現藉添加與矽油互溶性佳之極性溶劑，容易進行分散劑之覆蓋於無機物質粒子。

因而，本發明之紫外線遮蔽性微粒，對於1種或2種以上之具紫外線遮蔽能之無機物質粒子，由於該粒子之表面

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明( 9 )

為以變性矽酮及/或反應性矽酮系分散劑覆蓋之構造，所以可解決前記之紫外線遮蔽性複合微粒，其之製造法及化粧料(特開平 9-100112 號公報)之改良點。其之改良點，亦即為了以實質上無觸媒活性之無機物質覆蓋，複合微粒中之子粒之比例降低，含表面覆蓋之複合微粒每單位重量之紫外線遮蔽能，只降低其之部分，本發明之紫外線遮蔽性微粒由於無藉由無機物質之表面覆蓋，其結果為微粒之每單位重量之紫外線遮蔽能增加，可謂得以解決其之課題。

亦即，本發明之要旨為有關

(1) 以將含有 1 種或 2 種以上之具紫外線遮蔽能之無機物質粒子與選自變性矽酮及反應性矽酮之 1 種以上之矽酮系分散劑與矽油之混合原料液以粉碎機處理及/或高壓分散處理為特徵之紫外線遮蔽性微粒之分散體之製造方法，

(2) 根據前記(1)之紫外線遮蔽性微粒之分散體之製造方法，以該紫外線遮蔽性微粒實質上不具觸媒活性為特徵，

(3) 根據前記(1)或(2)之紫外線遮蔽性微粒之分散體之製造方法，以該紫外線遮蔽性微粒之平均之分散粒徑為 0.01 ~ 5.0 微米為特徵，

(4) 根據前記(1)~(3)中任一項之紫外線遮蔽性微粒之分散體之製造方法，以含有該紫外線遮蔽性微粒 0.1 ~ 40 重量%為特徵，

(5) 根據前記(1) ~ (4)中任一項之紫外線遮蔽性微粒之分散體之製造方法，該具紫外線遮蔽能之無機物質粒子為選自  $\text{TiO}_2$ 、 $\text{ZnO}$ 、 $\text{CeO}_2$ 、 $\text{BaTiO}_3$ 、 $\text{CaTiO}_3$ 、 $\text{SrTiO}_3$  及

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 10 )

SiC 之 1 種以上之粒子，

(6) 前記(1) ~ (4)中任一項之紫外線遮蔽性微粒之分散體之製造方法，該具紫外線遮蔽能之無機物質粒由  $TiO_2$  粒子及 ZnO 粒子所成，

(7) 前記(1) ~ (6)中任一項之紫外線遮蔽性微粒之分散體之製造方法，該矽酮系分散劑係選自呔唑啉變性矽酮、胺基變性矽酮及聚醚變性矽酮之 1 種以上之矽酮化合物，

(8) 前記(1)~(7)中任一項之紫外線遮蔽性微粒之分散體之製造方法，其中以於製備該混合原料液時，及/或粉碎機處理及/或高壓分散處理中或處理後，再添加與該矽油互溶性佳之極性溶劑為特徵，

(9) 以藉由前記(1) ~ (8)中任一項之製造方法製造為特徵之紫外線遮蔽性微粒或其之分散體，

(10) 以將前記(1) ~ (8)中任一項之製造方法所得之紫外線遮蔽性微粒之分散體乾燥為特徵之紫外線遮蔽性微粒之粉末之製造方法，

(11) 以藉由前記(10)之製造方法製造為特徵之紫外線遮蔽性微粒之粉末，

(12) 摻合前記(9)之紫外線遮蔽性微粒之分散體所成之化粧料，

(13) 摻合前記(11)之紫外線遮蔽性微粒之粉末所成之化粧料，

(14) 為由 1 種或 2 種以上之具紫外線遮蔽能之無機物質粒子所成之紫外線遮蔽性微粒，以其表面由選自變性矽酮

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 11 )

及反應性矽酮之 1 種以上之矽酮系分散劑覆蓋，且前記紫外線遮蔽性粒子至少一部分作為該無機物質粒子之凝集之凝集粒子分散於矽油中為特徵之紫外線遮蔽性微粒之分散體，

(15) 以含有該紫外線遮蔽性微粒 0.1 ~ 40 重量 % 為特徵之前記(14)之紫外線遮蔽性微粒之分散體，及

(16) 以該紫外線遮蔽性微粒之平均分散粒徑為 0.01 ~ 5.0 微米為特徵之前記(14)或(15)之紫外線遮蔽性微粒之分散體。

### 圖之簡單說明

圖 1 為表示實施例 1 所得之紫外線遮蔽性微粒分散體藉由紫外可見分光光度計測定透光度之結果之圖。

圖 2 為表示實施例 2 所得之紫外線遮蔽性微粒分散體藉由紫外可見分光光度計測定透光度之結果之圖。

圖 3 為表示實施例 3 所得之紫外線遮蔽性微粒分散體藉由紫外可見分光光度計測定透光度之結果之圖。

圖 4 為表示實施例 4 所得之紫外線遮蔽性微粒分散體藉由紫外可見分光光度計測定透光度之結果之圖。

圖 5 為表示實施例 5 所得之紫外線遮蔽性微粒分散體藉由紫外可見分光光度計測定透光度之結果之圖。

圖 6 為表示實施例 6 所得之紫外線遮蔽性微粒分散體藉由紫外可見分光光度計測定透光度之結果之圖。

圖 7 為表示實施例 7 所得之紫外線遮蔽性微粒分散體藉由紫外可見分光光度計測定透光度之結果之圖。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 12 )

圖 8 為表示實施例 8 所得之紫外線遮蔽性微粒分散體藉由紫外可見分光光度計測定透光度之結果之圖。

圖 9 為表示實施例 9 所得之紫外線遮蔽性微粒分散體藉由紫外可見分光光度計測定透光度之結果之圖。

實施本發明之最佳形態

以下就本發明詳細說明。

對紫外線具高之遮蔽能之粒徑比較小之無機物質粒子，由於易於凝集之性質，所以使分散於介質中而使巧妙地表現機能為困難的。因此，於本發明，將如此之無機物質粒子與矽酮系分散劑、矽油組合，藉由粉碎機處理及/或高壓分散處理，一面以分散劑覆蓋粒子表面，由於於矽油中可保持高分散狀態，所以可保持高之可見光透明能及紫外線遮蔽能，另外，由於以分散劑將粒子表面覆蓋，所以可實質地抑制無機物質粒子之觸媒活性，另外，一面於矽油中以矽酮系分散劑覆蓋粒子表面，以高分散狀態可得紫外線遮蔽性微粒之分散體，或藉由將其之紫外線遮蔽性微粒之分散體乾燥，可得紫外線遮蔽性微粒之粉末，因而，可得處理性佳之紫外線遮蔽性微粒。

於本說明書中，紫外線遮蔽性微粒，意指具紫外線遮蔽能之無機物質粒子之一次粒子為彼等凝集之凝集粒子，紫外線遮蔽性微粒之分散體意指具有紫外線遮蔽能之構成紫外線遮蔽性微粒之無機物質粒子之一次粒子及彼等凝集之凝集粒子分散於矽油中之分散液。

1. 用於紫外線遮蔽性微粒之製造之原料

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 13 )

首先就用於本發明之製造之各原料加以說明。

(1) 構成紫外線遮蔽性微粒之具紫外線遮蔽能之構成無機物質粒子

紫外線遮蔽性微粒之無機物質粒子，為具有紫外線遮蔽能，另外於可見光線區無吸收，且為不會將可見光散射之程度之大小之粒子為佳。

作為構成紫外線遮蔽性微粒之無機物質，從具有紫外線之吸收性，較好於可見光區無吸收之要件，以如基於能帶隙能之激發了吸收端存在於紫外線之波長領域之物質，亦即能帶隙能為 2.7 ~ 4.0 eV 之半導體化合物為佳，例如  $\text{TiO}_2$ 、 $\text{ZnO}$ 、 $\text{CeO}_2$ 、 $\text{BaTiO}_3$ 、 $\text{CaTiO}_3$ 、 $\text{SrTiO}_3$ 、 $\text{SiC}$  等強烈顯示其性質，選自彼等之 1 種以上之無機物質粒子為佳。又，於彼等之中， $\text{TiO}_2$ 、 $\text{ZnO}$  及  $\text{CeO}_2$  一般亦常作為紫外線遮蔽劑使用，選自此等之 1 種以上者特佳。特別地供遮蔽至紫外線 A 範圍 (320 ~ 400 nm)， $\text{ZnO}$ 、 $\text{CeO}_2$  等有效，遮蔽紫外線 B 範圍 (280 ~ 320 nm)  $\text{TiO}_2$  有效。又，遮蔽紫外線 B 及 A 範圍，粒子為  $\text{TiO}_2$  與選自 ( $\text{ZnO}$ 、 $\text{CeO}_2$ 、 $\text{BaTiO}_3$ 、 $\text{CaTiO}_3$ 、 $\text{SrTiO}_3$ 、 $\text{SiC}$ ) 之 1 種以上之無機物質粒子者組合使用為佳。特別是將  $\text{TiO}_2$ 、 $\text{ZnO}$  組合使用為佳。

或於使用  $\text{TiO}_2$  之情形，將 5 價以上之元素例如 W、P、Ta、Nb、Sb、Mo，或 3 價以下之元素例如 Zn、Al、Mg、Ca 作為不純物添加物而含有，可擴張遮蔽範圍於紫外線 A 範圍。

具紫外線遮蔽能之無機物質粒子之形狀為球狀、板狀或

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 14 )

針狀等，無特別限定。紫外線散射性，由於藉由 Mie 散射而強烈顯現，無機物質之 1 次粒子之平均粒徑，具體言之為滿足於可見光區之透明性及於紫外光區之遮蔽性，以 0.001 ~ 1.0 微米為佳。更佳者為 0.001 ~ 0.7 微米，另外地 0.001 ~ 0.5 微米，尤其是 0.005 ~ 0.5 微米為佳，又，平均粒徑之測定，可使用電子顯微鏡之直接觀察法(個數基準)。

於本發明，具紫外線遮蔽能之無機物質粒子，於所得之分散體中易於分散之狀態為所希望，因此以其他物質覆蓋無機物質粒子之表面，以矽酮覆蓋，將分散輔助劑用溶膠例如  $\text{Al}_2\text{O}_3$  溶膠等，或溶膠之穩定劑與無機物質粒子混合亦可，例如使用  $\text{TiO}_2$  超微粒之情形，超微粒之表面以選自 Al、Si、Zr、Mg、Zn、Ce、Ti、Fe 之 1 種以上之氧化物或含水氧化物覆蓋，提高分散性，粒子表面以矽酮處理，混合鹼性之穩定劑(例如  $\text{NH}_3$  等)，使  $\text{TiO}_2$  之溶膠狀態穩定亦可。又將超微粒粉末表面改質，可良好地分散之情形，可將此作為原料提供。於本發明使用之溶膠，一般以普通之顯微鏡無法認定，可謂為比原子或低分子大之粒子之物質分散於液體中者(理化學辭典第 3 版；岩波書店)。例如，可舉氧化鋁之水溶膠、 $\text{TiO}_2$  超微粒懸浮液等。

### (2) 覆蓋粒子表面之矽酮系分散劑

作為覆蓋粒子表面之矽酮系分散劑，可使用選自變性矽酮、反應性矽酮之 1 種以上之矽酮化合物。

變性矽酮有聚醚變性矽酮、烷基。芳烷基變性矽酮、烷基、芳烷基、聚醚變性矽酮、烷基、高碳醇變性矽酮、醇

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線



## 五、發明說明 ( 15 )

變性矽酮、氟變性矽酮、長鏈烷基變性矽酮、氟烷基變性矽酮、環氧烷基變性矽酮、環氧烷基變性矽酮共聚物、矽伸苯基變性矽酮共聚物、乙烯變性矽酮共聚物、 $\alpha$ -甲基苯乙烯變性矽酮共聚物、吡喃(カルボラン)變性矽酮共聚物、雙苯酚 A 碳酸酯變性矽酮共聚物、烷氧基矽烷變性矽酮共聚物等。

反應性矽酮有呋唑啉變性矽酮、胺基變性矽酮、胺基。聚醚變性矽酮、環氧基變性矽酮、環氧基、聚醚變性矽酮、羧基變性矽酮、羧基、聚醚變性矽酮、甲醇變性矽酮、巰基變性矽酮、苯酚變性矽酮、乙烯基變性矽酮、羥基變性矽酮等。

前記之矽酮之中，為比較容易覆蓋者，可舉呋唑啉變性矽酮、胺基變性矽酮、聚醚變性矽酮。為特別更容易覆蓋者可舉呋唑啉變性矽酮、胺基變性矽酮。但對於藉由本發明之分散劑之覆蓋處理法，原理上可使用利用粒子表面與分散劑之靜電力之化學吸附、或利用將粒子作為核之分散劑之有核凝縮之物理吸附。

### (3) 分散介質

作為由矽酮系分散劑表面覆蓋之紫外線遮蔽性微粒之分散介質，為使矽酮系分散劑於分散介質中表現高分散能力，可使用矽油。矽油可使用揮發性或不揮發性矽油。例如八甲基聚矽氧烷、十四甲基聚矽氧烷、甲基聚矽氧烷、高聚合甲基聚矽氧烷、甲苯基聚矽氧烷、八甲基環四矽氧烷、十甲基環戊矽氧烷等之外，可舉三甲基矽氧基矽酸，具

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

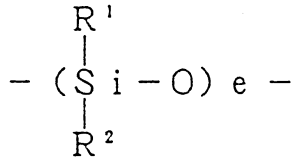
裝

訂

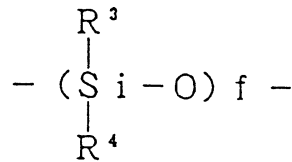
線

五、發明說明 ( 16 )

有以以下面之通式(1)或通式(2)：



(1)



(2)

(式中 R<sup>1</sup> 及 R<sup>2</sup> 分別表 1 ~ 4C 之烷基，R<sup>3</sup> 表 1 ~ 40C 之直鏈、支鏈或環狀烷基，烯基或氟烷基，R<sup>4</sup> 表 7 ~ 40C 之直鏈、支鏈或環狀烷基，烯基或氟烷基，e 為 2 以上之數，f 為 3 以上之數，e+f=5 ~ 6000 之數。)表示之單位之有機聚矽氧烷等。其中以八甲基環四矽氧烷及十甲基環戊矽氧烷為佳。又，可將前記所舉之矽油混合使用。

作為如上之具有本發明之紫外線遮蔽能之無機物質粒子、矽酮系分散劑及分散介質之組合，具紫外線遮蔽能之無機物質粒子為 TiO<sub>2</sub> 及 / 或 ZnO，矽酮系分散劑為選自噁唑啉變性矽酮、胺基變性矽酮、聚醚變性矽酮之 1 種以上之物，分散介質如前述例示之矽油之情形為佳，另外為八甲基環四矽氧烷及十甲基環戊矽氧烷之情形，對於作為紫外線遮蔽劑之性能、安定性及安全性之點更佳。

於本發明，若無抑制本發明之紫外線遮蔽性微粒之光學特性之表現之程度，含紫外線遮蔽性微粒及於其分散體中不帶紫外線遮蔽能之物質亦可。

於本發明，於混合原料液之製備，亦可再添加與矽油互溶性佳之極性溶劑。藉此，分散劑之覆蓋於無機物質粒子易於進行。此可推定為藉由例如極性溶劑作用於分散劑之

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 17 )

極性部位，提高對粒子表面之吸附性等之效果。另外，粉碎機處理及/或高壓分散處理中或處理後，亦可添加極性溶劑。特別地，作為其之極性溶劑使用乙醇，由安定性及安全性之面更佳。又，極性溶劑於分散體中之濃度以 30 重量 % 以下為佳。

於本發明，於藉由粉碎機處理及/或高壓分散處理混合原料液使生成紫外線遮蔽性微粒之分散體之過程，亦可將矽酮系分散劑分割添加。藉此，紫外線遮蔽性微粒之分散性及其之分散體之安定性提高。將矽酮系分散劑分割添加之方法無特別限定，依照無機物質粒子、矽酮系分散劑及矽酮油之組合、及彼等之使用量適宜實施即可。又，不只前記之分割添加法，亦可連續添加矽酮系分散劑，其方法無特別限定，但按照無機物質粒子、矽酮系分散劑及矽酮油之組合，及彼等之使用量適宜實施即可。

### 2. 紫外線遮蔽性微粒之製造方法

其次，就本發明之紫外線遮蔽性粒子之製法說明各過程。

本發明之製造過程中，就(1)將紫外線遮蔽性微粒分散於矽油中之紫外線遮蔽性微粒之分散體，(2)另外地，藉由乾燥紫外線遮蔽性微粒之分散體，將紫外線遮蔽性微粒粉末化之各各之製造，有如下之過程。

亦即為

#### (1) 紫外線遮蔽性微粒之分散體之製造過程：

將含有 1 種或 2 種以上具紫外線遮蔽能之無機物質粒與選自變性矽酮及反應性矽酮之 1 種以上之矽酮系分散劑與

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 18 )

矽油之混合原料液、藉由粉碎機處理及/或高壓分散處理，使生成紫外線遮蔽性微粒之分散體之過程，

(2) 將前記之紫外線遮蔽性微粒之分散體粉末化之製造過程：

(a) 將含有 1 種或 2 種以上之具紫外線遮蔽能之無機物質粒子與選自變性矽酮及反應性矽酮之 1 種以上之矽酮系分散劑與矽油之混合原料液，藉由粉碎機處理及/或高壓分散處理，使生成紫外線遮蔽性微粒之分散體之過程，

(b) 將過程(a)所得之紫外線遮蔽性微粒之分散體乾燥之過程。

於此，於前記之過程(a)將具紫外線遮蔽能之無機物質粒子、矽酮系分散劑、矽油之混合原料液藉粉碎機處理及/或高壓分散處理，使無機物質粒子粉碎或解碎，於混合原料液中保持無機物質粒子之分散狀態為所希望。粉碎機可舉珠磨機、砂磨機、球磨機，高壓分散裝置可舉微流化床、微粒化器(ナノマイザ)等。粉碎機所用之介質(珠、砂、球等)之材質較好為玻璃、氧化鋁、氧化鈦，其介質徑以 1 毫米以下為佳，更佳為 0.5 毫米以下。於此，具紫外線遮蔽能之無機物質粒子，可使用其之微粒粉末及溶膠等，將粒子濃度高之混合原料液以粉碎機處理及/或高壓分散處理之情形，彼等之處理前，以均一混合機、勻化器等之具有微粒子解碎能力之分散機等進行一次處理為佳。其理由為以一次處理，藉由將凝集狀態之高濃度之微粒解碎，降低其後之為二次處理之粉碎機處理及/或高壓分散處理之

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 19 )

解碎、分散所要之負荷，可進行效率佳之粉碎或解碎、分散。混合原料液中之無機物質粒子之濃度以 0.1 ~ 40 重量 % 為佳，0.1 ~ 30 重量 % 更佳，再更佳地 0.1 ~ 27 重量 %。

於本發明所用之分散劑之使用量，對於無機物質粒子 100 份重量，1 ~ 200 份重量為佳。更佳地 1 ~ 100 份重量，再更佳地 1 ~ 60 份重量，此未滿 1 份重量，分散劑極端過少而不能表現分散能，又難以抑制無機物質粒子之觸媒活性能。超過 200 份重量之情形，分散劑濃度過高，無覆蓋於微粒表面之自由態分散劑變多，彼等於紫外線遮蔽性微粒之分散體中反而抑制微粒之分散，又亦成為顯著增大其分散體之黏度之原因。

另外，於過程(a)所得之紫外線遮蔽性微粒之分散體，可加以濃縮。

又，於過程(a)中，與粒子之粉碎或解碎之同時，進行藉由矽酮系分散劑之覆蓋。

於本發明得以使用之矽酮系分散劑，可舉如選自前記之變性矽酮、反應性矽酮之 1 種以上之矽酮化合物。

其次，於紫外線遮蔽性微粒粉末之製造過程之過程(b)之乾燥法無特別限定，例如於乾燥法可使用熱風乾燥、拔頂等。另外較佳者亦可將其乾燥物粉碎，粉碎法無特別限定，可使用例如砂磨機、托板式磨機、對噴射式磨機等。粉碎後所得之微粒亦可分級使粒徑一致使用。又，亦可同時進行乾燥及粉碎，其方法並無特別限定，例如可使用捏和機。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 20 )

於本發明，混合原料液藉粉碎機處理及/或高壓分散處理使均一地分散、混合為重要的。於本發明，可分成(1)微粒由1種之無機物質粒子構成之情形，(2)微粒子由2種以上之無機物質粒子構成之情形考慮。

(1) 微粒由1種無機物質粒子構成之情形，彼等之1次粒子之凝集主由凡得瓦爾力凝集，成為分散劑覆蓋彼等之凝集粒子之表面。

(2) 微粒由2種以上之無機物質粒子構成之情形，彼等之1次粒子相互間之凝集由靜電力及凡得瓦爾力凝集，成分分散劑覆蓋彼等之凝集粒子之表面。

又，由2種以上之無機物質粒子構成之情形，其之構成比率由欲遮蔽之紫外線區與具有紫外線遮蔽能之微粒之吸收端之關係，加以適宜選擇即可。

藉以上之方法，可得紫外線遮蔽性微粒、其之分散體或粉末。於本發明為強固地保護凝集粒子之凝集狀態及為了實質上喪失由於無機物質粒子之觸媒活性，以分散劑覆蓋各無機物質粒子及其之凝集粒子之表面。對於其之覆蓋層之厚度，只要將粒子表面之活性點實質上覆蓋、表面活性不及於各無機物質粒子及其之凝集粒子之周圍之媒質之程度即可。

如此，藉實質上抑制粒子之表面活性，可防止粒子表面與接觸之介質(例如化粧品基劑、塗料等)之劣化。觸媒活性之問題，一面使無機物質粒子分散於種種之媒質中使用之情形，一面避開而通過為困難之問題，本發明即提示解

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 21 )

決其問題之手段。又，無機物質粒子與矽酮系分散劑之覆蓋原理，為物理吸附或化學吸附，從覆蓋力之強度，以化學吸附為佳。

前記之紫外線遮蔽性微粒於分散體中之紫外線遮蔽性微粒之濃度為 0.1 ~ 40 重量% 為佳，更佳為 0.1 ~ 30 重量%，再更佳為 0.1 ~ 27 重量%。其理由為於分散體中之濃度比 0.1 重量% 低之情形，微粒之量極端少，微粒之光學特性之表現困難，又比 40 重量% 高之情形，由於為高濃度，所以紫外線遮蔽性微粒之於分散體中之微粒分散變得困難。

分散於前記之紫外線遮蔽性微粒之分散體中之紫外線遮蔽性微粒之凝集粒子之形狀並無特別限定。又，紫外線遮蔽性微粒之平均之分散粒徑以 0.01 ~ 5.0 微米為佳，更佳為 0.01 ~ 1.0 微米，再更佳為 0.02 ~ 1.0 微米，特佳為 0.05 ~ 1.0 微米。另外更佳為 0.1 ~ 1.0 微米，尤其是 0.1 ~ 0.5 微米為佳，最佳為 0.15 ~ 0.5 微米。又，粒徑分佈儘可能狹窄者為佳。平均粒徑比 5.0 微米大之情形，顯著地發生起因於藉由粒徑效果之可見光之散射之透明性降低及紫外線遮蔽能之降低。又，微粒之形態觀察可使用透過型電子顯微鏡，又分散粒徑之測定可使用光散射式粒徑測定器(體積基準)。

### 3. 紫外線遮蔽性微粒之分散體、粉末

本發明之紫外線遮蔽性微粒之分散體及其粉末為如上之製造方法所得；其構造混合存在著一次粒子及一次粒子凝集所成之凝集粒子，彼等為以分散劑覆蓋之物。若彼等之

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 22 )

分散性差，則微粒之光學特性無法表現。又，由於具有藉由前記之分散劑之覆蓋層，無機物質粒子之觸媒活性實質上受抑制，於任意之媒質中，不會發生媒質之劣化，可穩定地分散。

本發明之紫外線遮蔽性微粒之粉末形狀、大小無特別限定。依照使用情形，可使用種種之形狀、大小者。例如作為化粧品用之粉體，微米以下～10微米之程度之球狀粒子，於觸感之良好程度處理等之面為佳，同程度之大小之板狀粒子對皮膚之黏附情形、於皮膚上之擴展之良好程度、處理等之面為佳。又，化粧品基劑之矽油，亦可使用製造紫外線遮蔽性微粒之分散體中使用之矽油，於此情形成為於從來之無機系紫外線遮蔽劑所得不到之特異之觸感之無粉體感之物。

本發明之紫外線遮蔽性微粒之分散體、或紫外線遮蔽性微粒之粉末之光學特性藉由例如紫外線、可見光分光分析之透光率之測定，可將其定量化。

作為本發明之紫外線遮蔽性微粒之較佳之紫外線遮蔽能為將紫外線遮蔽性微粒之分散體、或紫外線遮蔽性微粒之粉末懸浮於油劑中，使用光徑長1毫米之光學容槽，以紫外光可見光分光分析測定透光率時，於波長800nm透光率80%以上，於波長400nm，透光率15%以上，且於波長範圍380～300nm之光波長透光率5%以下。由此性能，特別可滿足於可見光區之高透明性同時可滿足於紫外區之高遮蔽性。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線



## 五、發明說明 ( 23 )

藉由如此之紫外線、可見光分光分析之評估，具體上如下進行。

將本發明之紫外線遮蔽性微粒之分散體，或紫外線遮蔽性微粒之粉末加於矽油中使懸浮，製備於波長 800 nm 之透光率為 80 % 以上之任意濃度之微粒懸浮液。攪拌同時用超音波分散器使微粒徹底分散，使懸浮液成均一。準備光徑長 1 毫米之光學容槽，其中注滿懸浮液。由於光學容槽於紫外光及可見光區不會吸收及散射，可使用例如石英容槽。使用紫外光可見光光度計，測定透過此光學容槽之光之透光率。此時於同等之光學容槽中只注滿懸浮前之媒質作為對照，進行背景校正。

又，本發明之紫外線遮蔽性微粒為實質上不帶觸媒活性，此例如可由如下確認。將紫外線遮蔽性微粒分散於白色凡士林中使成無機物質粒子濃度為 1 重量 %，將此用紫外線光源 (SPECTRONICS 公司製，ENB-260 C/J)，照射中心波長 312 nm 之紫外線 60 分，確認白色凡士林有無變色。由於觸媒活性白色凡士林劣化之情形，白色凡士林變色成茶色，藉此方法可簡便地確認。

因而，於本說明書「實質上不具觸媒活性之紫外線遮蔽性微粒」意指觸媒活性受抑制實用上觸媒活性不成問題之紫外線遮蔽性微粒，例如係指藉此方法無確認凡士林之變色者。

### 4. 化粧品

本發明之化粧品中，除本發明之紫外線遮蔽性微粒之分

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 24 )

散體、紫外線遮蔽性微粒之粉末以外，可按須要適宜摻合通常化粧品中所用之其他成分。以下列舉之。

(1) 滑石、陶土、絹雲母、白雲母、金雲母、紅雲母、黑雲母、合成氟金雲母、蛭石、碳酸鎂、碳酸鈣、矽藻土、矽酸鎂、矽酸鋁、矽酸鋇、硫酸鋇、矽酸鋇、鎢酸金屬鹽、二氧化矽、羥基磷灰石、沸石、氯化硼、陶磁粉等之無機粉末。

(2) 尼龍粉、聚乙烯粉、聚苯乙烯粉、苯並烏糞胺樹脂粉、聚四氟化乙烯粉、二苯乙烯苯聚合物粉、環氧基樹脂粉、丙烯酸樹脂粉、結晶性纖維素等之有機粉體。

(3) 氧化鈦、氧化鋅等之無機白色顏料；氧化鐵(氧化鐵紅)、鈦酸鐵等之無機紅色系顏料； $\gamma$  氧化鐵等之無機褐色系顏料；黃氧化鐵、黃土等之無機黃色系顏料；黑氧化鐵、碳黑等之無機黑色系顏料；錳紫、鈷紫等之無機紫色系顏料；氧化鉻、氫氧化鉻、鈦酸鈷等之無機綠色系顏料；群青、紺青等之無機藍色系顏料；氧化鈦覆蓋之雲母、氧化鈦覆蓋一氣氧化鈹、一氣氧化鈹、氧化鈦覆蓋之滑石、魚鱗箔、著色氧化鈦覆蓋之雲母等之珍珠色顏料；鋁粉、銅粉等之金屬粉末顏料。

(4) 紅色 201 號、紅色 202 號、紅色 204 號、紅色 205 號、紅色 220 號、紅色 226 號、紅色 228 號、紅色 405 號、橙色 203 號、橙色 204 號、黃色 205 號、黃色 401 號、及藍色 404 號等之有機顏料；紅色 3 號、紅色 104 號、紅色 106 號、紅色 227 號、紅色 230 號之(1)、紅色 230 號之(2)、紅色

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 25 )

401 號、紅色 505 號、橙色 205 號、黃色 4 號、黃色 5 號、黃色 202 號之(1)、黃色 202 號之(2)、黃色 203 號、綠色 3 號及藍色 1 號之鋅、鋇或鉛色澱等之有機顏料。

(5) 葉綠素、 $\beta$ -胡蘿蔔素等之天然色素。

(6) 角鯊烷、石蠟、流動石蠟、凡士林、微晶粒蠟、地蠟、純地蠟、肉豆蔻酸、棕櫚酸、硬脂酸、油酸、異硬脂酸、十六醇、十六醇、油醇、2-乙基己酸十六酯、棕櫚酸 2-乙基苳酯、肉豆蔻酸 2-辛基十二酯、二-2-乙基己酸新戊基二醇酯、三-2-乙基己酸甘油醇酯、油酸 2-辛基十二酯、肉豆蔻酸異丙酯、三異硬脂酸甘油醇酯、三椰子油脂肪酸甘油酯、橄欖油、鰐梨油、椿油、荷荷芭油、蜂蠟、鯨蠟、巴西棕櫚蠟、肉豆蔻酸肉豆蔻酯、貂油、羊毛脂等之各種碳氫化物、高碳脂肪酸類、油脂類、酯類、高碳醇類、蠟類、揮發性矽油及不揮發性矽油等之矽油類。

(7) 下記之紫外線吸收劑等之紫外線防止劑亦按須要可適宜地摻合。

## 1) 苯甲酸衍生物系

對安基苯甲酸(PABA)、PABA 單甘油酯、N,N-二丙氧基 PABA 乙酯、N,N-二乙氧基 PABA 乙酯、N,N-二甲基 PABA 乙酯、N,N-二甲基 PABA 丁酯、N,N-二甲基 PABA 戊酯、N,N-二甲基 PABA 辛酯等。

## 2) 氨基酸衍生物系

N-乙醯基氨基酸高蓋酯等。

## 3) 水楊酸衍生物系

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 26 )

水楊酸戊酯、水楊酸蓋酯、水楊酸高蓋酯、水楊酸辛酯、水楊酸苯酯、水楊酸苜酯、水楊酸對異丙基苯酯等。

## 4) 桂皮酸衍生物系

桂皮酸辛酯、4-異丙基桂皮酸乙酯、2,5-二異丙基桂皮酸甲酯、2,4-二異丙基桂皮酸乙酯、2,4-二異丙基桂皮酸甲酯、對甲氧基桂皮酸丙酯、對甲氧基桂皮酸異丙酯、對甲氧基桂皮酸異戊酯、對甲氧基桂皮酸辛酯(對甲氧基 2-乙基己酯)、對甲氧基桂皮酸 2-乙氧基乙酯、對甲氧基桂皮酸環己酯、 $\alpha$ -氰基- $\beta$ -苯基桂皮酸乙酯、 $\alpha$ -氰基- $\beta$ -苯基桂皮酸 2-乙基己酯、單 2-乙基己醯基二對甲氧基桂皮酸甘油酯等

## 5) 二苯甲酮衍生物系

2,4-二羥基二苯甲酮、2,2'-二羥基 4-甲氧基二苯甲酮、2,2'-二羥基 4,4'-二甲氧基二苯甲酮、2,2',4,4'-四羥基二苯甲酮、2-羥基-4-甲氧基二苯甲酮、2-羥基-4-甲氧基-4'-甲基二苯甲酮、2-羥基-4-甲氧基二苯甲酮-5-磺酸鹽、4-苯基二苯甲酮、2-乙基己基 4'-苯基二苯甲酮-2-羧酸鹽、2-羥基-4-正辛氧基二苯甲酮、4-羥基 3-羧基二苯甲酮等。

## 6) 其他之紫外線吸收劑

3-(4'-甲基亞苜基)d ; 1-樟腦、3-亞苜基 d,1-樟腦、尿狗酸、尿狗酸乙酯、5-甲基苯並呋啞、2,2'-羥基 5-甲苜基苯並三啞、2-(2'-羥基-5'第三辛苜基)苯並三啞、二苜基並蔥、二苜香醚基甲烷、4-甲氧基 4'-第三丁基二苜基甲烷、5-(3,3'-二甲基-2-亞正苜基-3-戊-2-酮、1-(3,4-二甲氧苜基

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 27 )

) - 4,4'-二甲基 - 1,3-戊二酮等

(8) 又，亦可按須要適宜地摻合界面活性劑。

作為如此之界面活性劑，可舉聚氧乙烯烷基醚、聚氧乙烯脂肪酸酯、聚氧乙烯山梨糖醇酐脂肪酸酯、聚氧乙烯山梨醇脂肪酸酯、聚氧乙烯硬化蓖麻油烷基硫酸酯、聚氧乙烯烷基硫酸酯、烷基磷酸酯、聚氧乙烯烷基磷酸酯、脂肪酸鹼金屬鹽、山梨糖醇酐脂肪酸酯、甘油脂肪酸酯、聚醚變性矽酮等之矽酮系活性劑等。

(9) 又，亦可按須要適宜摻合水溶性多元醇。作為如此之水溶性多元醇，為分子內含有 2 個以上之羥基之水溶性多元醇，可舉例如乙二醇、丙二醇、1,3-丁二醇、1,4-丁二醇、二丙二醇、甘油、及二甘油、三甘油、四甘油等之聚甘油、葡糖、麥芽糖、多醇、蔗糖、果糖、木糖、山梨醇、麥芽三糖、蘇糖醇、赤蘚糖醇、澱粉分解糖還原醇等。

(10) 又，離胺酸、精胺酸等之胺基酸類；孔酸、檸檬酸、琥珀酸、乙醇酸等之有機酸類為此等之有機酸鹽類；醇酸樹脂、尿素樹脂等之樹脂類；樟腦、檸檬酸三丁酯等之可塑劑類； $\alpha$ -生育酚等之抗氧化劑；對羥基苯甲酸丁酯、對羥基苯甲酸甲酯等之防腐劑，矢車菊、蜀葵根、小連翹等之植物抽出物；視黃醇、尿囊素等之藥效劑；咕噸膠、角叉菜膠等之增黏劑；其他之香料亦可適宜地摻合。

本發明之化粧品，為提高使用感及紫外線防禦效果等之持續性，可摻合矽油或醚變性矽酮。

作為矽油，只要是通常摻合於化粧品中者即可，並無特

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 28 )

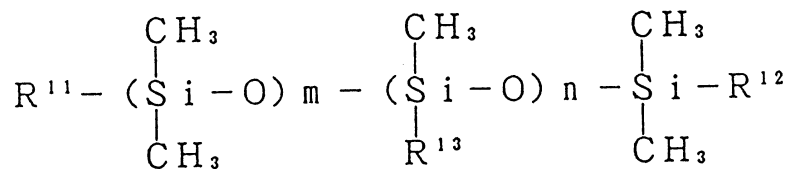
別限定，例如八甲基聚矽氧烷、十四甲基聚矽氧烷、甲基聚矽氧烷、高聚合甲基聚矽氧烷、甲基基聚矽氧烷、八甲基環四矽氧烷、十甲基環五矽氧烷等之外可舉三甲矽氧基矽酸，具有以前記通式(1)或通式(2)表示之單位之有機聚矽氧烷等。

此等之矽油之摻含量，於化粧品中可以 2 ~ 80 重量% 摻合，較好為 5 ~ 50 重量%，更佳為 8 ~ 40 重量%。

作為醚變性矽酮，只要是矽氧烷之至少一部分中具有醚鍵之基取代之化合物即可，並無特別限制，可舉例如下記者，彼等可單獨或 2 種以上組合使用。

作為此醚變性矽酮之具體例子，可舉例如下記(I) ~ (III) 之化合物。

(I) 以通式(3)：



(3)

[ 式中， $R^{11}$ ， $R^{12}$  及  $R^{13}$  中至少 1 個為以下面通式：



( $R^{14}$  表 H 原子或 1 ~ 12C 之烷基；a 及 b 為平均值，分別表 0 ~ 35 之數，p 表 1 ~ 5 之數。) 表示之基，其餘表甲基，m 及 n 為平均值，m 表 1 ~ 200 之數，n 表 0 ~ 50 之數。]

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

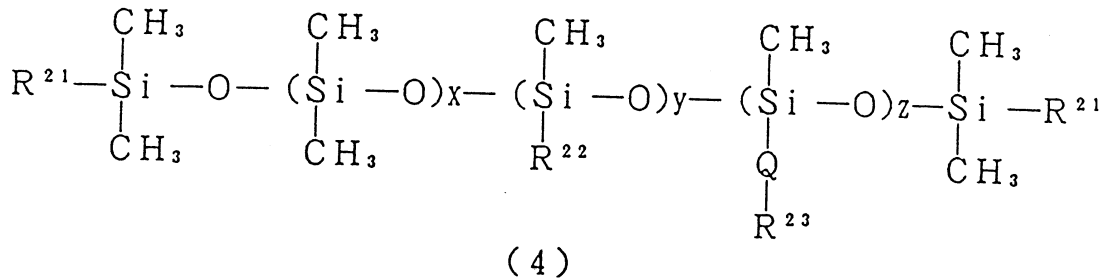
五、發明說明 ( 29 )

表示之醚變性矽酮。

此等之中分子量為 2000 ~ 50000， $R^{11} \sim R^{13}$  所占之比例以分子量之 5 ~ 40 % 者為佳。另外，通式(3)中  $m$  為 5 ~ 80， $n$  為 0 ~ 2， $a$  為 9 ~ 10， $b$  為 0， $p$  為 3， $R^{14}$  為 H 原子，或  $m$  為 90 ~ 110， $n$  為 0， $a$  為 11 ~ 13， $b$  為 0， $p$  為 3， $R^{14}$  為 H 原子者為佳。

作為以如此之前記通式(3)表示之醚變性矽酮，可使用東道可林(東レ・ダウコーニング)公司製之 SH-3775 系列之市售品。

(II) 以通式(4)



[ 式中， $R^{21}$  表 1 ~ 5C 之烴基， $R^{22}$  表 6 ~ 16C 之烴基，Q 表伸烷基， $R^{23}$  表以下式： $-(OC_2H_4)_q-(OC_3H_6)_r-OR^{24}$

[ $R^{24}$  表 H 原子或低碳烴基， $q$  及  $r$  為  $q \leq r$ ，且  $-(OC_2H_4)_q-(OC_3H_6)_r$  之分子量為 600 ~ 3500 之數。] 表示之基， $z$  表 1 ~ 3 之數， $x$  與  $y$  為  $x < 3y$ ，且  $x+y+z=30 \sim 400$  之數。但  $-(OC_2H_4)_q-(OC_3H_6)_r$  之總重量不超過以前記通式(4)表示之聚醚。烴基變性矽酮之全重量之 1/3。]

表示之聚醚。烴基變性矽酮。

作為以前記通式(4)中之  $R^{21}$  表示之 1 ~ 5C 之烴基可舉 1

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 ( 30 )

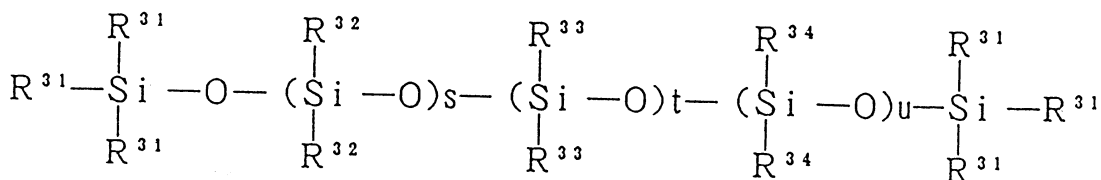
~ 5C 之烷基或烯基，例如甲基、乙基、丙基、異丙基、丁基、或基或乙烯基等，此等之中以甲基為佳。又，作為以 R<sup>22</sup> 表示之 6 ~ 16C 之烴基，可舉己基、庚基、辛基、壬基、癸基、十一基、十二基、十四基、十六基等之直鏈烷基、異辛基、s-辛基、2-乙基己基等之支鏈烷基，此等之中以十二基為佳。又，y>1 之情形，R<sup>22</sup> 可為每次反覆之單位相同亦可為任意地不同之單位。

作為前記通式(4)中之以 Q 表示之伸烷基，可舉亞甲基、伸乙基、伸丙基、三亞甲基、四亞甲基，此等之中亦以伸丙基、三亞甲基為佳。

前記通式(4)中，表 R<sup>23</sup> 之基中之 R<sup>24</sup> 表 H 原子或低碳烷基(例如甲基、乙基、丙基、異丙基、丁基)，此等之中亦以 H 原子為佳。又作為 q 及 r，於 q=15，以 r=0、q=r=25 或於 q=29 以 r=7 為佳。

作為如此之以前記通式(4)表示之聚醚。烷基變性矽酮，可使用東道可林公司製之「DC Q2-2500」(十二基甲矽酮共聚醇；於通式(4)，R<sup>21</sup> 為甲基，R<sup>22</sup> 為十二基，x=0)等。

(III) 以通式(5)



(5)

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製



## 五、發明說明 ( 31 )

[式中， $R^{31}$ 、 $R^{32}$ 、 $R^{33}$ 及 $R^{34}$ 之中，至少1個為以下之通式(6)：



(於此 A 表 3 ~ 20C 之 2 價之烴基， $R^{41}$ 及 $R^{42}$ 分別表 H 原子或 1 ~ 5C 之烴基。但， $R^{41}$ 及 $R^{42}$ 之任一者表 H 原子) 表示之基，其餘為 1 ~ 30C 之直鏈、支鏈或環狀之烴基或以下式：



(於此，B 表含醚鍵及/或酯鍵之 2 價之烴基， $R^{43}$ 表 1 ~ 30C 之直鏈、支鏈或環狀之烴基。)

表示之基，s、t及u分別表 0 ~ 200 之數， $s+t+u=0$ 之時， $R^{31}$ 之中 1 以上表以前記通式(6)表示之基(但， $R^{31}$ 之中 1 個為通式(6)中 A 為三亞甲基， $R^{41}$ 及 $R^{42}$ 為 H 原子，其餘之 $R^{31}$ 、 $R^{32}$ 、 $R^{33}$ 及 $R^{34}$ 全為甲基之情形除外。)]

表示之烷甘油基醚變性矽酮。

作為以前記通式(6)中之 A 表示之 3 ~ 20C 之 2 價之烴基，可舉三亞甲基、四亞甲基、五亞甲基、六亞甲基、七亞甲基、八亞甲基、九亞甲基、十亞甲基、十一亞甲基、十二亞甲基、十四亞甲基、十六亞甲基、十八亞甲基等之直鏈伸烷基、伸丙基、2-甲基三亞甲基、2-甲基四亞甲基、2-甲基五亞甲基、3-五亞甲基等之支鏈伸烷基。作為以 $R^{41}$ 及 $R^{42}$ 表示之 1 ~ 5C 之烴基，可舉甲基、乙基、丙基、異丙基、丁基、戊基、s-丁基、第三丁基、新戊基、環戊基等之直鏈、支鏈或環狀之烷基。另外，作為含以 B 表示之

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

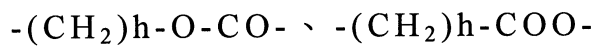
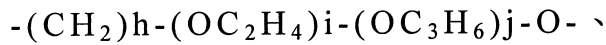
裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 32 )

醚鍵及/或酯鍵之 2 價之烴基，可舉以下式：



(於此等之中，h 表 3 ~ 20 之整數，i 及 j 表 0 ~ 50 之數) 表示之基。

又，作為以  $\text{R}^{43}$  表示之 1 ~ 30C 之直鏈、支鏈或環狀烴基，可舉甲基、乙基、丙基、丁基、戊基、己基、庚基、辛基、壬基、癸基、十一基、十二基、十四基、十六基、十八基、廿基、廿二基、廿四基、廿六基、廿八基、三十基等之直鏈烷基、異丙基、s-丁基、t-丁基、新戊基、1-乙基丙基、1-庚基癸基等之支鏈烷基、環戊基、環己基、松香基、膽固基等之環狀烷基。

如此之以前記通式(5)表示之烷基甘油基醚變性矽酮可根據特開平 4-108795 號公報記載之方法製造。

此等之醚變性矽酮之摻含量，於化粧品中，以 0.05 ~ 20 重量% 為佳，尤其是 1 ~ 10 重量% 為佳。

本發明之紫外線遮蔽性微粒於化粧品中之摻含量，依化粧品之種類而異，以 0.01 ~ 50 重量% 為佳，0.05 ~ 40 重量% 更佳，0.1 ~ 30 重量% 特佳。未滿此範圍不能充分發揮紫外線遮蔽效果，超過此範圍則有損作為化粧品之觸感。又，將本發明之紫外線遮蔽性微粒之分散體及其粉末用於化粧品之情形之摻含量，使滿足於前記之紫外線遮蔽性微粒之化粧品之摻合料而決定。

本發明之化粧品，依習用法以種種之形式使用，其形式

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 33 )

並無特別限制，作為化粧水、乳液、面霜軟膏、氣溶膠化粧料、粉底、眼影粉餅、乳化型粉底、口紅等之化粧用化粧料等使用。

又，本發明之化粧料之 SPF、PFA，使用 The Optmetrics Group 公司製之 SPF-290 分析儀，藉由本手冊之基本測定法測定。又，PFA 於該手冊中，以平均 UVA 保護因子表示。從使充分發揮紫外線(B 範圍)防禦效果之觀點，SPF 3 以上為佳，又 8 以上更佳，另外更佳者為 10 以上，尤佳為 13 以上。又，與前記同樣地，從使發揮紫外線(A 範圍)防禦效果之觀點，PFA 1.5 以上為佳。

以下表示本發明之實施例，將本發明更詳細地說明，本發明並非由此等實施例所限。於以下之實施例，微粒分散矽油意即紫外線遮蔽性微粒之分散體。

### 實施例 1

於氧化鈦超微粒(替卡(テイカ)(公司)製 MT-600B：金紅石型，一次粒子之平均粒徑 0.05 微米)粉末 50.0 克中，加嘮唑啉變性矽酮(花王(公司)製 OS 96-20) 25.0 克溶於矽油(東道可林(公司)製 SH244：屈折率 1.39，八甲基環四矽氧烷與十甲基環五矽氧烷之混合物) 925.0 克中之溶液作為原料液。(亦即，該原料液之  $TiO_2$  之濃度為 5 重量%，該原料液含有 5 重量%之無機粒子。)

對於製備之原料液 175 克添加 325 克玻璃珠((公司)井內盛榮堂製 BZ-01：平均粒徑 0.1 毫米)混合之溶液，使用珠粉碎機(IGARA SHIKIKAI 製 TSG-6H)，以翼轉數 2000 r.p.m

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 34 )

進行 6 小時之處理。其後分離玻璃珠，得  $\text{TiO}_2$  微粒分散矽油(無機粒子濃度 5 重量%)。

所得之  $\text{TiO}_2$  微粒分散矽油，用雷射多普勒型粒徑測定器(大塚電子(公司)製 DLS-700)，進行處理後之  $\text{TiO}_2$  分散微粒之分散粒徑之測定時，平均粒徑(體積基準)為約 0.20 微米。

處理後之  $\text{TiO}_2$  分散微粒使用透過型電子顯微鏡觀察之結果，確認  $\text{TiO}_2$  超微粒(平均粒徑(個數基準)0.05 微米)之集合體，其被認為採取由呔唑啉變性矽酮覆蓋之構造。亦即，此粒子為由呔唑啉變性矽酮覆蓋之  $\text{TiO}_2$ (能帶隙能約 3.3eV，屈折率約 2.71)之凝集粒子。

於白色凡士林與  $\text{TiO}_2$  微粒分散矽油之混合物中，將經處理使  $\text{TiO}_2$  成 1 重量%之量後之  $\text{TiO}_2$  微粒分散於白色凡士林(和光純藥(公司)製)中。使用紫外線光源(SPECTRONICS 公司製 ENB-260 C/J)以中心波長 312 nm 之光將此照射 60 分時，白色凡士林無見到變色，明白  $\text{TiO}_2$  微粒之觸媒活性受抑制。

於所得之  $\text{TiO}_2$  微粒分散矽油 0.08 克中，加前記之矽油 9.92 克稀釋、分散後，用紫外/可見分光光度計(島津製作所(公司)製 UV-160A)以光徑長 1 毫米之容槽測定此分散液之透光率。結果示於圖 1。

於此圖，於波長 320 nm 以下之紫外線 B 及 C 範圍，透光率成 5% 以下，同時於 400 nm 為 25%、800 nm 為 95% 及於波長 400 ~ 800 nm 之可見光全域透光率成高之值，明白生成之  $\text{TiO}_2$  微粒分散矽油於可見光區之高透明性及於紫外

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 35 )

線區之高遮蔽性。

### 實施例 2

於氧化鋅超微粒(堺化學工業(公司)製 FINEX 75, 一次粒子之平均粒徑 0.01 微米)粉末 50.0 克中, 加喹啉變性矽酮(與實施例 1 相同) 17.5 克溶於矽油(與實施例 1 相同) 932.5 克中之溶液, 作為原料液(亦即, 該原料液之 ZnO 之濃度為 5 重量%, 該原料液為含有無機粒子 5 重量%)。

對於 175 克之製備之原料液加玻璃珠(與實施例 1 相同) 325 克混合之溶液, 使用珠粉碎機(與實施例 1 相同), 以翼轉數 2000 r.p.m. 進行處理 6 小時。其後分離玻璃珠, 得 ZnO 微粒分散矽油(無機粒子濃度 5 重量%)。

將所得之 ZnO 微粒分散矽油, 用雷射多普勒型粒徑測定器(與實施例 1 相同), 進行處理後之 ZnO 分散微粒之分散粒徑之測定時, 平均粒徑(體積基準)約 0.21 微米。

處理後之 ZnO 微粒子用透過型電子顯微鏡觀察之結果, 確認 ZnO 超微粒子(平均粒徑(個數基準) 0.01 微米)之集合體, 其被認為採取以喹啉變性矽酮覆蓋之構造。亦即, 此粒子為由喹啉變性矽酮覆蓋之 ZnO(能帶隙能約 3.2 eV, 屈折率約 1.99)之凝集粒子。

於白色凡士林與 ZnO 微粒分散矽油之混合物中, 使 ZnO 為其 1 重量%之量之經處理後之 ZnO 微粒分散於白色凡士林(與實施例 1 相同), 進行與實施例 1 同樣之試驗。其結果, 無見到白色凡士林之變色, 明白 ZnO 微粒之觸媒活性受抑制。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 36 )

於所得之 ZnO 微粒分散矽油 0.5 克中，加前記之矽油 9.5 克稀釋、分散後，以實施例 1 同樣之方法測定透光率。結果示於圖 2。

於此圖，於波長 320 nm 以下之紫外線 B 及 C 範圍，透光率為 5 % 以下，同時於 400 nm 為 40 %，於 800 nm 為 92 % 及於 400 ~ 800 nm 之可見光區，透光率為非常高之值，明白生成之 ZnO 微粒分散矽油具有於可見光區之高透明性及於紫外線區之高遮蔽性。

## 實施例 3

於氧化鈦超微粒(石原產業(公司)製 TTO-51(A)：金紅石型，一次粒子之平均粒徑 0.03 微米)粉末 7.1 克，氧化鋅超微粒(堺化學工業(公司)製 FINEX 75，一次粒子之平均粒徑 0.01 微米) 42.9 克中，加胺基變性矽酮(信越矽酮(公司)製 X-22-9261：分子量 30000，胺基等量 4980) 10 克溶於矽油(與實施例 1 同) 940.0 克中之溶液，作為原料液(亦即，該原料液之  $\text{TiO}_2$  及 ZnO 濃度分別為 0.71 重量%，及 4.29 重量%，該原料液含 5 重量%之無機粒子。)

對於製備之原料液 175 克加玻璃珠(與實施例 1 同) 325 克混合之溶液，使用珠粉碎機(與實施例 1 同)，以翼轉數 2000 r.p.m. 進行處理 6 小時，其後分離玻璃珠，得  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}$  微粒分散矽油(無機粒子濃度 5 重量%)。

所得之  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}$  微粒分散矽油用雷射多普勒型粒徑測定器(與實施 1 同)，進行處理後之微粒之分散粒徑之測定時，平均粒徑(體積基準)約 0.21 微米。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 37 )

處理後之微粒用透過型電子顯微鏡觀察之結果，明白 TiO<sub>2</sub> 超微粒子(平均粒徑(個數基準) 0.03 微米)及 ZnO 超微粒子(平均粒徑(個數基準) 0.01 微米)凝集，將取均一地分散，固定化之構造，其被認為為以胺基變性矽酮覆蓋。亦即，此粒子為由 TiO<sub>2</sub>(能帶隙能約 3.3 eV，屈折率約 2.71)及 ZnO(能帶隙能約 3.2 eV，屈折率約 1.99)所成之 TiO<sub>2</sub>/ZnO 微粒子。

前記微粒子中之各粒子之比例，將 TiO<sub>2</sub> 及 ZnO 之粒子密度分別作為 3.84 克/立方厘米，5.78 克/立方厘米，由原料液之組成比計算分別為 20.0 體積%、80.0 體積%，自各粒子之體積比，前記微粒之屈折率為約 2.13。

於白色凡士林與微粒分散矽油之混合物中，使 TiO<sub>2</sub> 及 ZnO 之合計為其 1 重量%之量之經處理後之 ZnO 微粒分散於白色凡士林(與實施例 1 同)，進行與實施例 1 同樣之試驗。其結果，無見到白色凡士林之變色，明白 TiO<sub>2</sub>/ZnO 微粒之觸媒活性受抑。

所得之 TiO<sub>2</sub>/ZnO 微粒分散矽油 0.18 克中加前記之矽油 9.82 克稀釋、分散後，以與實施例 1 同樣之方法測定透光率。結果示於圖 3。

於此圖，於波長 250 ~ 305 nm 之紫外線 B 及 C 範圍，透光率為 5% 以下，同時於 400 nm 為 16%，於 800 nm 為 81% 及於波長 400 ~ 800 nm 之可見光全域之透光率為高之值，明白 TiO<sub>2</sub>/ZnO 微粒分散矽油具有於可見光區之高透明性及於紫外線區之高遮蔽性。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 38 )

## 實施例 4

於氧化鈦超微粒(替卡(公司)製 MT-600SA ; 金紅石型, 一次粒子之平均粒徑 0.05 微米)粉末 7.1 克、氧化鋅超微粒(塚化學工業(公司)製微細鋅華、一次粒子之平均粒徑 0.2 微米)粉末 42.9 克中, 加喹啉變性矽酮(與實施例 1 同) 10 克溶於矽油(與實施例 1 同) 940.0 克中之溶液, 作為原料液。(亦即, 該原料液之  $\text{TiO}_2$  及  $\text{ZnO}$  之濃度分別為 0.71 重量%, 及 4.29 重量%, 該原料液含 5 重量%之無機粒子。)

製備之原料液以勻化器(特殊機化(公司)製 T.K.-ROBO MICS) 12000 r. p. m., 進行 90 分之前處理後, 一面以 7000 r.p.m.攪拌, 一面使用電諾粉碎機(Willy A Bachofen AG 製 KDL-PILOT), 以翼轉數 3600 r.p.m., 溶液: 媒質比 600 毫升: 1200 毫升(美的亞(メディア); (公司)井內盛榮堂製 BZ-01: 平均粒徑 0.1 毫米), 雷諾粉碎機內平均滯留時間 8 分  $\times$  3 次之分散處理及進行處理, 得  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}$  微粒分散矽油(無機粒子濃度 5 重量%)。

前記微粒分散矽油用旋轉蒸發器, 藉於  $80^\circ\text{C}$  將矽油撥頂常壓蒸發, 濃縮至微粒約 12.5 重量%濃度, 用勻化器以 9000 r.p.m.進行 15 分鐘之分散。其後, 再用旋轉蒸發器, 將矽油於  $80^\circ\text{C}$  進行撥頂常壓蒸發濃縮後, 用勻化器以 9000 r.p.m.進行 15 分鐘分散, 得微粒分散矽油(微粒 20.8 重量%)。

所得之  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}$  微粒分散矽油用雷射多普勒型粒徑測定器(與實施例 1 同), 進行處理後之微粒之分散粒徑之測定

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線



## 五、發明說明 ( 39 )

時，平均粒徑(體積基準)為約 0.20 微米。

處理後之微粒用透過型電子顯微鏡觀察之結果，明白 TiO<sub>2</sub> 超微粒(平均粒徑(個數基準) 0.05 微米)及 ZnO 超微粒(平均粒徑(個數基準)約 0.06 微米)凝集，均一地分散。固定化，其被認為採取由喹啉變性矽酮覆蓋之構造。亦即，此粒子為由 TiO<sub>2</sub>(能帶隙能約 3.3 eV，屈折率約 2.71)及 ZnO(能帶隙能約 3.2eV，屈折率約 1.99)所成之 TiO<sub>2</sub>/ZnO 微粒。

前記微粒中之各粒子之比例；TiO<sub>2</sub> 及 ZnO 之粒子密度分別為 3.84 克/立方厘米、5.78 克/立方厘米，自原料液之組成比計算分別為 20.0 體積%、80.0 體積%。自各粒子之體積比，前記微粒子之屈折率為約 2.13。

於白色凡士林與微粒分散矽油之混合物中，使 TiO<sub>2</sub> 與 ZnO 之合計為其之 1 重量%之量之經處理後之微粒分散於白色凡士林(與實施例 1 同)，進行與實施例 1 同樣之試驗。其結果，無見到白色凡士林之變色，明白 TiO<sub>2</sub>/ZnO 微粒之觸媒活性受抑。

所得之 TiO<sub>2</sub>/ZnO 微粒分散矽油 0.043 克中，加前記之矽油 9.957 克稀釋、分散後，以與實施例 1 同樣之方法測定透光率。結果示於圖 4。

於此圖，於波長 320 nm 以下之紫外線 B 及 C 範圍之透光率為 5% 以下，同時於 400 nm 為 21%、800 nm 為 88% 及於波長 400 ~ 800 nm 之可見光全域之透光率為高之值，明白 TiO<sub>2</sub>/ZnO 微粒分散矽油於可見光全域具高透明性及於

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 40 )

紫外線區有高遮蔽性。

### 實施例 5

於氧化鈦超微粒(石原產業(公司)製 TTO-51(A): 金紅石型, 一次粒子之平均粒徑 0.03 微米)粉末 7.1 克、氧化鋅超微粒(花王(公司)製 FZN, 一次粒子之平均粒徑 0.15 微米)粉末 42.9 克中加呔啞啞變性矽酮(與實施例 1 同) 12.5 克溶於矽油(與實施例 1 同) 937.5 克之溶液, 作為原料液。(亦即, 該原料液之  $\text{TiO}_2$  及  $\text{ZnO}$  之濃度分別為 0.71 重量% 及 4.29 重量%, 該原料液含 5 重量% 之無機粒子。)

製備之原料液與實施例 4 同樣為之進行處理, 得  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}$  微粒分散矽油(無機粒子濃度 5 重量%)。

前記微粒分散矽油用旋轉蒸發器, 於  $80^\circ\text{C}$  將矽油撥頂常壓蒸餾, 濃縮微粒至 12 重量% 濃度, 用勻化器以 9000 r.p.m. 進行 15 分之分散。其後, 再用旋轉蒸發器, 於  $80^\circ\text{C}$  將矽油進行撥頂常壓蒸餾後, 用勻化器, 以 9000 r.p.m. 進行 15 分之分散, 得微粒分散矽油(微粒 20.8 重量%)。

所得之  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}$  微粒分散矽油, 用雷射多普勒型粒徑測定器(與實施例 1 同), 進行處理後之微粒之分散粒徑之測定時, 平均粒徑(體積基準)為約 0.25 微米。

處理後之微粒用透過型電子顯微鏡觀察之結果, 明白  $\text{TiO}_2$  超微粒(平均粒徑(個數基準) 0.03 微米)及  $\text{ZnO}$  超微粒(平均粒徑(個數基準)約 0.05 微米)凝集, 為均一地分散、固定化, 其被認為採取由呔啞啞變性矽酮覆蓋之構造。亦即, 此粒為由  $\text{TiO}_2$ (能帶隙能約 3.3 eV, 屈折率約 2.71)及  $\text{ZnO}$

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 41 )

(能帶隙能約 3.2 eV，屈折率約 1.99)所成之  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}$  微粒。

前記微粒中之各粒子之比例，以  $\text{TiO}_2$  及  $\text{ZnO}$  之粒子密度分別為 3.84 克/立方厘米，5.78 克/立方厘米，從原料液之組成比計算分別為 20.0 體積%、80.0 體積%。從各粒子之體積比，前記微粒之屈折率為約 2.13。

於白色凡士林與微粒分散之矽油之混合物中，使  $\text{TiO}_2$  與  $\text{ZnO}$  之合計成為其之 1 重量%之量之經處理後之微粒，使分散於白色凡士林(與實施例 1 同)，進行與實施例 1 同樣之試驗。其結果，無見到白色凡士林之變色，明白  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}$  微粒之觸媒活性受抑。

所得之  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}$  微粒分散矽油 0.045 克中，加前記之矽油 9.955 克，稀釋，分散後藉與實施例 1 同樣之方法測定透光率。結果示於圖 5。

於此圖，於波長 320 nm 以下之紫外線 B 及 C 範圍之透光率為 5% 以下，同時於 400 nm 為 28%，於 800 nm 為 89% 及於波長 400 ~ 800 nm 之可見光全域之透光率為高之值，明白  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}$  微粒分散矽油具於可見光區之高透明性及於紫外線區之高遮蔽性。

### 實施例 6

與實施例 5 同樣為之，進行原料液之調整、處理，得  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}$  微粒分散矽油(無機粒子濃度 5 重量%)。

前記微粒分散矽油用真空乾燥器於 50°C、300 托耳之條件下乾燥 24 小時得微粒粉體。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 42 )

使所得之  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}$  微粒粉體分散於矽油(與實施例 1 同)，用雷射多普勒粒徑測定器(與實施例 1 同)，進行處理後之微粒粉體之分散粒徑之測定時，平均粒徑(體積基準)為約 0.25 微米。

處理後之微粒用透過型電子顯微鏡觀察之結果，明白  $\text{TiO}_2$  超微粒(平均粒徑(個數基準) 0.03 微米)及  $\text{ZnO}$  超微粒(平均粒徑(個數基準)約 0.05 微米)凝集，均一地分散、固定化，其被認為採取由呔唑啉變性矽酮覆蓋之構造。亦即此粒子為由  $\text{TiO}_2$ (能帶隙能約 3.3 eV，屈折率約 2.71)及  $\text{ZnO}$ (能帶隙能約 3.2 eV，屈折率約 1.99)所成之  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}$  微粒子。

於前記微粒中之各粒子之比例，以  $\text{TiO}_2$  及  $\text{ZnO}$  粒子密度分別為 3.84 克/立方厘米，5.78 克/立方厘米，自原料液之組成比計算，分別為 20.0 體積%，80.0 體積%。由各粒子之體積比，前記微粒之屈折率為約 2.13。

於白色凡士林與微粒粉體之混合物中，使  $\text{TiO}_2$  與  $\text{ZnO}$  之合計成其之 1 重量%之量之經處理後之微粒，使分散於白色凡士林(與實施例 1 同)，進行與實施例 1 同樣之試驗，其結果，無見到白色凡士林之變色，明白  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}$  微粒之觸媒活性受抑。

所得之  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}$  微粒粉體 0.015 克中，加前記之矽油 9.985 克、稀釋、分散後，藉與實施例 1 同樣之方法，測定透光率。結果示於圖 6。

於此圖，於波長 320 nm 以下之紫外線 B 及 C 範圍之透光

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 43 )

率為 5 % 以下，同時於 400 nm 為 32 %、於 800 nm 為 94 % 及於波長 400 ~ 800 nm 之可見光全域，透光率為高之值，明白 TiO<sub>2</sub>/ZnO 微粒分散矽油具於可見光區之高透明性及於紫外線區之高遮蔽性。

### 實施例 7

於氧化鈦超微粒(石原產業(公司)製 TTO-51(A)：金紅石型，一次粒子之平均粒徑 0.03 微米)粉末 83.3 克，氧化鋅超微粒(堺化學工業(公司)製微細鋅華，一次粒子之平均粒徑 0.2 微米)粉末 500.0 克中，加喹啉變性矽酮(花王(公司)製 OS88) 58.3 克溶於乙醇 136.1 克中之溶液，然後加矽油(與實施例 1 同) 2306 克，作為原料液。(亦即，該原料液之 TiO<sub>2</sub> 與 ZnO 之濃度分別為 2.70 重量%，及 16.21 重量%，該原料液為含無機粒子 18.91 重量%)。

製備之原料液以勻化器(IKA-MASCHINENBAU 公司製 ULTRA-TARRAX T-50(G45FF)) 9000 r.p.m. 進行 10 分之前處理後，一面以 1000 r.p.m. 攪料，一面用雷諾粉碎機(Willy A Bachofen AG 製 KDL-PILOT)，進行翼轉數 3350 r.p.m. (周速 14 米/秒)、溶液：美的亞(體積比) 686 cc : 1190 cc (美的亞：優尼翁(コニオソ)公司製 1113L (平均粒徑 0.2 ~ 0.3 毫米，廉價出售品))雷諾粉碎機內平均滯留時間 8 分 × 3 次之處理，得 TiO<sub>2</sub>/ZnO 微粒分散矽油(無機粒子濃度 18.91 重量%)。

所得之 TiO<sub>2</sub>/ZnO 微粒分散矽油用雷射多普勒型粒徑測定器(與實施例 1 同)，進行處理後之微粒之分散粒徑之測定

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 44 )

時，平均粒徑(體積基準)為約 0.2 微米。

處理後之微粒用透過型電子顯微鏡觀察之結果，明白 TiO<sub>2</sub> 超微粒(平均粒徑(個數基準) 0.03 微米)及 ZnO 超微粒(平均粒徑(個數基準)約 0.06 微米)凝集，為均一地分散、固定化，其被認為採取由呶唑啉變性矽酮覆蓋之構造。亦即，此粒子為由 TiO<sub>2</sub>(能帶隙能約 3.3 eV，屈折率約 2.71)及 ZnO(能帶隙能約 3.2 eV，屈折率約 1.99)所成之 TiO<sub>2</sub>/ZnO 微粒。

於前記微粒中之各粒子之比例，以 TiO<sub>2</sub> 及 ZnO 之粒子密度分別為 3.84 克/立方厘米，5.78 克/立方厘米，自原料液之組成比計算分別為 20.0 體積%、80.0 體積%。自各粒子之體積比，前記微粒之屈折率為約 2.13。

將於白色凡士林與微粒分散矽油之混合物中，使 TiO<sub>2</sub> 與 ZnO 之合計成其之 1 重量%之量分散於白色凡士林(與實施例 1 同)，進行與實施例 1 同樣之試驗。其結果，無見到白色凡士林之變色，明白 TiO<sub>2</sub>/ZnO 微粒之觸媒活性受抑。

所得之 TiO<sub>2</sub>/ZnO 微粒分散矽油 0.033 克中，加前記之矽油 9.967 克稀釋、分散後，藉與實施例 1 同樣之方法測定透光率。結果示於圖 7。

於此圖，於波長 320 nm 以下之紫外線 B 及 C 範圍之透光率為 5% 以下，同時於 400 nm 為 22%，於 800 nm 為 87%，於波長 400 ~ 800 nm 之可見光全域透光率為高值，明白 TiO<sub>2</sub>/ZnO 微粒分散矽油具於可見光區之高透明性及於紫外線區之高遮蔽性。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 45 )

## 實施例 8

於氧化鈦超微粒(石原產業(公司)製 TTO-51(A): 金紅石型, 一次粒子之平均粒徑 0.03 微米)粉末 83.3 克, 氧化鋅超微粒(堺化學工業(公司)製微細鋅華、一次粒子之平均粒徑 0.2 微米)粉末 500.0 克中, 加喹啉變性矽酮(花王(公司)製 OS88) 87.5 克溶於乙醇 204.2 克中之溶液, 再加矽油(與實施例 1 同)2208.7 克作為原料液。(亦即, 該原料液之  $\text{TiO}_2$  及  $\text{ZnO}$  之濃度分別為 2.70 重量%, 及 16.21 重量%, 當原料液為含 18.91 重量%之無機粒子。)

製備之原料液與實施例 7 同樣地, 進行藉勻化器之前處理後, 一面攪拌, 一面藉由雷諾粉碎機進行處理(雷諾粉碎機內平均滯留時間 8 分  $\times$  4 次), 得  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}$  微粒分散矽油(無機粒子濃度 18.91 重量%)。

所得  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}$  微粒分散矽油用雷射多普勒型粒徑測定器(與實施例 1 同), 進行處理後之微粒之分散粒徑之測定時, 平均粒徑(體積基準)為約 0.2 微米。

處理後之微粒用透過型電子顯微鏡觀察之結果, 明白  $\text{TiO}_2$  超微粒(平均粒徑(個數基準) 0.03 微米)及  $\text{ZnO}$  超微粒(平均粒徑(個數基準)約 0.06 微米)凝集, 均一地分散、固定化, 其被認為採取由喹啉變性矽酮覆蓋之構造。亦即, 此粒子為由  $\text{TiO}_2$ (能帶隙能約 3.3 eV, 屈折率約 2.71)及  $\text{ZnO}$ (能帶隙能約 3.2 eV, 屈折率約 1.99)所成之  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}$  微粒。

於前記微粒中之各粒子之比例與實施例 7 同樣地, 以

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 46 )

TiO<sub>2</sub> 及 ZnO 之粒子密度分別為 3.84 克/立方厘米，5.78 克/立方厘米，自原料液之組成比計算分別為 20.0 體積%、80.0 體積%。自各粒子之體積比，前記微粒之屈折率為約 2.13。

於白色凡士林與微粒分散矽油之混合物中，使 TiO<sub>2</sub> 與 ZnO 之合計為其之 1 重量%之量，使其分散於白色凡士林(與實施例 1 同)，進行與實施例 1 同樣之試驗。其結果，無見到白色凡士林之變色，明白 TiO<sub>2</sub>/ZnO 微粒之觸媒活性受抑。

所得之 TiO<sub>2</sub>/ZnO 微粒分散矽油 0.033 克中，加前記之矽油 9.967 克，稀釋、分散後，藉與實施例 1 同樣之方法測定透光率。結果示於圖 8。

於此之圖，於波長 320 nm 以下之紫外線 B 及 C 範圍透光率為 5% 以下，同時於 400 nm 為 27%，於 800 nm 為 89% 及於波長 400 ~ 800 nm 之可見光全域，透光率為高之值，明白 TiO<sub>2</sub>/ZnO 微粒分散矽油具於可見光區之高透明性及於紫外線區之高遮蔽性。

## 實施例 9

於氧化鈦超微粒(石原產業(公司)製 TTO-51(A)：金紅石型、一次粒子之平均粒徑 0.03 微米)粉末 83.3 克、氧化鋅超微粒(堺化學工業(公司)製微細鋅華、一次粒子之平均粒徑 0.2 微米)粉末 500.0 克、二氧化矽超微粒(日本阿耶羅紀耳(アエロジル)製 AEROSIL 300、一次粒子之平均粒徑 0.01 微米)粉末 83.3 克中加噁唑啉變性矽酮(花王(公司)製

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線



## 五、發明說明 ( 47 )

OS88) 100.0 克溶於乙醇 233.3 克中之溶液，然後加矽油(與實施例 1 同)2083.8 克，作為原料液。(亦即該原料液之  $\text{TiO}_2$ 、 $\text{ZnO}$  及  $\text{SiO}_2$  之濃度分別為 2.70 重量%、16.21 重量%、2.70 重量%，該原料液為含 21.61 重量%之無機粒子。)

製備之原料液與實施例 7 同樣地，進行藉由勻化器之前處理後，一面攪拌，一面進行藉由雷諾粉碎機之處理(雷諾粉碎機內平均滯留時間 8 分  $\times$  3 次)，得  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}/\text{SiO}_2$  微粒分散矽油(無機粒子濃度 21.61 重量%)。

所得之  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}/\text{SiO}_2$  微粒分散矽油用雷射多普勒型粒徑測定器(與實施例 1 同)，進行處理後之微粒之分散粒徑之測定時，平均粒徑(體積基準)為約 0.2 微米。

處理後之微粒用透過型電子顯微鏡觀察之結果，明白  $\text{TiO}_2$  超微粒(平均粒徑(個數基準)0.03 微米)、 $\text{ZnO}$  超微粒(平均粒徑(個數基準)約 0.06 微米)及  $\text{SiO}_2$ (平均粒徑(個數基準)約 0.01 微米)凝集，均一地分散、固定化，其被認為採取由喹啉變性矽酮覆蓋之構造。亦即，此粒子為由  $\text{TiO}_2$ (能帶隙能約 3.3 eV，屈折率約 2.71)、 $\text{ZnO}$ (能帶隙能約 3.2eV，屈折率約 1.99)及  $\text{SiO}_2$ (能帶隙能約 6.4eV，屈折率約 1.46)所成之  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}/\text{SiO}_2$  微粒。

於前記微粒中之各粒子之比例與實施例 7 同樣地，以  $\text{TiO}_2$ 、 $\text{ZnO}$  及  $\text{SiO}_2$  之粒子密度分別為 3.84 克/立方厘米、5.78 克/立方厘米、2.27 克/立方厘米，自原料液之組成比計算分別為 15.0 體積%、59.7 體積%、25.3 體積%。自各

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 48 )

粒子之體積比，前記微粒之屈折率為約 1.96。

於白色凡士林與微粒分散矽油之混合物中，使  $\text{TiO}_2$  與  $\text{ZnO}$  之合計為其之 1 重量 % 之量，將之分散於白色凡士林(與實施例 1 同)，進行與實施例 1 同樣之試驗。其結果，無見到白色凡士林之變色，明白  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}/\text{SiO}_2$  微粒之觸媒活性受抑。

所得之  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}/\text{SiO}_2$  微粒分散矽油 0.056 克中，加前記之矽油 9.944 克，稀釋、分散後，藉與實施例 1 相同之方法測定透光率。結果示於圖 9。

於此圖，於波長 320 nm 以下之紫外線 B 及 C 範圍，透光率為 5 % 以下，同時於 400 nm 為 21 %，於 800 nm 為 83 %，於波長 400 ~ 800 nm 之可見光全域，透光率為高之值，明白  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}/\text{SiO}_2$  微粒分散矽油具於可見光區之高透明性及於紫外線區之高遮蔽性。

### 實施例 10

氧化鈦超微粒(石原產業(公司)製 TTO-51(A): 金紅石型，一次粒子之平均粒徑 0.03 微米)粉末 125.0 克、氧化鋅超微粒(堺化學工業(公司)FINEX 50，一次粒子之平均粒徑 0.03 微米)粉末 500.0 克中加聚醚變性矽酮(東道可尼，矽酮(公司)製 SH3775) 187.5 克溶於矽油(與實施例 1 同) 1687.5 克中之溶液，作為原料液。(亦即，該原料液之  $\text{TiO}_2$  及  $\text{ZnO}$  之濃度分別為 3.57 重量 %，及 21.4 重量 %，該原料液為含 25.0 重量 % 之無機粒子)。

製備之原料液與實施例 7 同樣為之，進行處理，得

## 五、發明說明 ( 49 )

TiO<sub>2</sub>/ZnO 微粒分散矽油。

與實施例 1 同樣地進行處理後之微粒之分散粒徑時，平均粒徑(體積基準)為約 0.15 微米。

使微粒分散矽油分散於白色凡士林，進行與實施例 1 同樣之試驗。其結果，無見到白色凡士林之變色，明白 TiO<sub>2</sub>/ZnO 微粒之觸媒活性受抑。

所得之 TiO<sub>2</sub>/ZnO 微粒分散矽油 0.025 克中，加前記之矽油 9.975 克，稀釋、分散後，以與實施例 1 同樣之方法測定透光率。其結果，於波長 320 nm 以下之紫外線 B 及 C 範圍透光率為 5 % 以下，同時於 400 nm 為 45 %，於 800 nm 為 85 % 及於波長 400 ~ 800 nm 之可見光全域透光率為高之值，明白 TiO<sub>2</sub>/ZnO 微粒分散矽油具於可見光區之高透明性及於紫外線區之高遮蔽性。

### 實施例 11

氧化鈦超微粒(石原產業(公司)製 TTO-51(A): 金紅石型，一次粒子之平均粒徑 0.03 微米)粉末 125.0 克，氧化鋅超微粒(堺化學工業(公司)FINEX 50，一次粒子之平均粒徑 0.03 微米)粉末 500.0 克中，加聚醚變性矽酮(東道可尼，矽酮(公司)製 SH 3775) 187.5 克溶於矽油(與實施例 1 同) 1270.8 克中之溶液作為原料液。(亦即，該原料液之 TiO<sub>2</sub> 及 ZnO 之濃度分別為 4.29 重量% 及 25.71 重量%，該原料液為含 30.0 重量% 之無機粒子。)

製備之原料液，與實施例 7 同樣為之，進行處理，得 TiO<sub>2</sub>/ZnO 微粒分散矽油。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 50 )

與實施例 1 同樣地進行處理後之微粒之分散粒徑之測定時，平均粒徑(體積基準)為約 0.15 微米。

使微粒分散矽油分散於白色凡士林，進行與實施例 1 同樣之試驗。其結果，無見到白色凡士林之變色，明白 TiO<sub>2</sub>/ZnO 微粒之觸媒活性受抑。

所得之 TiO<sub>2</sub>/ZnO 微粒分散矽油 0.021 克中，加前記之矽油 9.979 克、稀釋、分散後，藉與實施例 1 同樣之方法測定透光率。其結果，於波長 320 nm 以下之紫外線 B 及 C 範圍，透光率為 5 % 以下，同時於 400 nm 為 38 %，於 800 nm 為 84 % 及於波長 400 ~ 800 nm 之可見光全域之透光率為高之值，明白 TiO<sub>2</sub>/ZnO 微粒分散矽油具於可見光區之高透明性及紫外線區之高遮蔽性。

## 實施例 12

氧化鈦超微粒(堺化學工業(公司)製 RF-100: 金紅石型，一次粒子之平均粒徑 0.03 微米)粉末 125.0 克、氧化鋅超微粒(大東化成工業(公司)製銀輝鈹鉛礦微細鋅華、一次粒子之平均粒徑 0.2 微米)粉末 500.0 克中，加喹啉變性矽酮(花王(公司)製 OS88) 125.0 克溶於乙醇 291.7 克中之溶液，然後加矽油(與實施例 1 同) 2263.4 克，作為原料液。(亦即，該原料液之 TiO<sub>2</sub> 及 ZnO 之濃度分別為 2.70 重量% 及 16.21 重量%，該原料液為含 18.91 重量% 之無機粒子。)

製備之原料液與實施例 7 同樣為之進行處理，得 TiO<sub>2</sub>/ZnO 微粒分散矽油。

與實施例 1 同樣地，進行處理後之微粒之分散粒徑之測

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 51 )

定時，平均粒徑(體積基準)為約 0.2 微米。

使微粒分散矽油分散於白色凡士林中，進行與實施例 1 同樣之試驗。其結果，無見到白色凡士林之變色，明白  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}$  微粒之觸媒活性受抑。

所得之  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}$  微粒分散矽油 0.033 克中，加前記之矽油 9.967 克稀釋、分散後，藉與實施例 1 同樣之方法測定透光率。其結果，於波長 320 nm 以下之紫外線 B 及 C 範圍透光率為 5 % 以下，同時於 400 nm 為 28 %，於 800 nm 為 88 % 及於波長 400 ~ 800 nm 之可見光全域透光率為高之值，明白  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}$  微粒分散矽油具於可見光區之高透明性及於紫外線區之高遮蔽性。

### 實施例 13

除於實施例 12 將嘔唑啉變性矽酮/乙醇溶液分割添加外，其他與實施例 12 同樣為之，進行處理，得  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}$  微粒分散矽油(無機粒子濃度 18.9 重量%)。

與實施例 1 同樣地進行處理後之微粒之分散粒徑之測定時，平均粒徑(體積基準)為約 0.2 微米。

使微粒分散矽油分散於白色凡士林，進行與實施例 1 同樣之試驗。其結果，無見到白色凡士林之變色，明白  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}$  微粒之觸媒活性受抑。

所得之  $\text{TiO}_2/\text{ZnO}$  微粒分散矽油 0.033 克中，加前記之矽油 9.967 克，稀釋、分散後，藉與實施例 1 同樣之方法測定透光率時，於波長 320 nm 以下之紫外線 B 及 C 範圍透光率為 5 % 以下，同時於 400 nm 為 32 %，於 800 nm 為 90 % 及

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 52 )

於波長 400 ~ 800 nm 之可見光全域透光率為高之值，明白 TiO<sub>2</sub>/ZnO 微粒分散矽油具於可見光區之高透明性及於紫外線區之高遮蔽性。

### 實施例 14

氧化鈦超微粒(替卡(公司)製 MT-600 SA : 金紅石型，一次粒子之平均粒徑 0.05 微米)粉末 50.0 克中，加喹啉變性矽酮(花王(公司)製 OS96-20) 50.0 克溶於矽油(東道可尼(公司)製 SH244 : 屈折率 1.39) 900.0 克中之溶液，作為原料液。(亦即，該原料液之 TiO<sub>2</sub> 之濃度為 5 重量%，該原料液為含 5 重量%之無機粒子。)

製備之原料液與實施例 1 同樣地，進行處理，得 TiO<sub>2</sub> 微粒分散矽油。

與實施例 1 同樣地，進行處理後之 TiO<sub>2</sub> 微粒之分散粒徑之測定時，平均粒徑(體積基準)為約 0.2 微米。

使微粒分散矽油分散於白色凡士林；進行與實施例 1 同樣之試驗。其結果無見到白色凡士林之變色，明白 TiO<sub>2</sub> 微粒之觸媒活性受抑。

所得之 TiO<sub>2</sub> 微粒分散矽油 0.08 克中，加前記之矽油 9.92 克，稀釋、分散後，以如同實施例 1 之方法測定透光率。其結果，於波長 320 nm 以下之紫外線 B 及 C 範圍，透光率為 5 % 以下，同時於 400 nm 為 27 %，於 800 nm 為 91 %，及於波長 400 ~ 800 nm 之可見光全域，透光率具高之值，明白 TiO<sub>2</sub> 微粒分散矽油具於可見光區之高透明性及於紫外線區之高遮蔽性。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 53 )

## 比較例 1

於實施例 3，使用甲基氫聚矽氧烷(信越矽酮(公司)製 KF-99)為分散劑時，無見到於矽油中之均一分散而全部沈降。

## 比較例 2

於實施例 3，用辛酸甘油酯(花王(公司)製為分散劑時，無見到於矽油中之均一分散，而全部沈降。

## 比較例 3

於實施例 12 無使用分散劑時，無見到於矽油中之均一分散，而全部沈降。

以下表示摻合於化粧品中之實施例。

SPF、PFA 使用 The Optometrics Group 公司製之 SPF-290 分析儀藉由手冊之基本測定法測定。又，PFA 於該手冊中，作為平均 UVA 保護因子表示。

## 實施例 15(化粧水)

實施例 10 記載之微粒	15.0 (重量%)
乙醇	30.0
甘油	5.0
聚乙二醇 1500	4.0
聚氧乙烯(20)油醚	1.0
聚氧乙烯(30)硬化蓖麻油	0.4
尿狗酸	1.0
香料	0.1

五、發明說明 ( 54 )

精製水

其餘

根據前記處方製備之化粧水，以 SPF 分析儀測定之結果，SPF=3.2，PFA=1.7。又，塗敷後，無不自然之泛白，為紫外線遮蔽效果優越之化粧水。

實施例 16(乳液)

實施例 11 記載之微粒	20.0 (重量%)
十六烷醇	1.2
角鯊烷	2.0
橄欖油	4.5
聚氧乙烯(10)硬化蓖麻油	1.0
單硬脂酸山梨糖醇酐酯	1.0
對羥基苯甲酸丁酯	0.1
對羥基苯甲酸甲酯	0.1
乙醇	3.0
甘油	2.0
1,3-丁二醇	2.0
香料	0.1
精製水	其餘

根據前記處方製備之乳液，以 SPF 分析儀測定之結果，SPF=5.4，PFA=3.9。又，塗敷後，無不自然之泛白，為紫外線遮蔽效果優越之乳液。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線



## 五、發明說明 ( 55 )

## 實施例 17(乳液)

實施例 12 記載之微粒	30.0 (重量%)
二甲矽氧烷。甲基(聚氧乙烯)	
矽氧烷共聚物	3.5
八甲基四環矽氧烷	20.0
角鯊烷	2.0
肉豆蔻酸辛基十二酯	1.0
對羥基苯甲酸丁酯	0.1
對羥基苯甲酸甲酯	0.1
對甲氧基桂皮酸 2-乙基己酯	4.0
甘油	5.0
香料	0.1
精製水	其餘

根據前記處方製備之乳液，以 SPF 分析儀測定之結果，SPF=16.5，PFA=5.5。又，塗敷後，無不自然之泛白，為紫外線遮蔽效果優越之乳液。

## 實施例 18(面霜)

實施例 13 記載之微粒	30.0 (重量%)
二甲矽氧烷。甲基(聚氧乙烯)	
矽氧烷共聚物	4.0
甲基聚矽氧烷(6 cSt)	5.0

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 56 )

八甲基四環矽氧烷	10.0
角鯊烷	2.0
肉豆蔻酸辛基十二酯	1.0
對羥基苯甲酸丁酯	0.1
對羥基苯甲酸甲酯	0.1
對甲氧基桂皮酸 2-乙基己酯	3.0
甘油	6.0
香料	0.1
精製水	其餘

根據前記處方製備之面霜，以 SPF 分析儀測定之結果，SPF=18.5，PFA=5.3。又，塗敷後，無不自然之泛白，為紫外線遮蔽效果優越之面霜。

## 實施例 19(粉底粉餅)

(1) 實施例 11 記載之微粒	5.0 (重量%)
(2) 氟化合物處理(*1)雲母	其餘
(3) 氟化合物處理(*1)滑石	20.0
(4) 氟化合物處理(*1)氧化鈦	8.0
(5) 氟化合物處理(*1)氧化鐵(紅、黃、黑)	3.0
(6) 氟化合物處理(*1)微粒氧化鋅	2.0
(7) 氟化合物處理(*1)微粒氧化鈦	1.0
(8) 氟化合物處理(*1)尼龍粉	10.0
(9) 二甲基聚矽氧烷(10 cSt)	4.0

## 五、發明說明 ( 57 )

## (10) 全氟聚醚

(Fomblin HC-04) 8.0

(11) 硬化油(辛克羅蠟(シンクロックス)) 1.0

(12) 對甲氧基桂皮酸 2-乙基己酯 1.0

(13) 防腐劑、香料 1.0

(\*1): 以全氟烷基乙基磷酸酯 5% 覆蓋之成分(1)~(8), 以懸剪(ヘンシェル)混合機混合, 對於此混合物添加於 80°C 下加熱混合之成分(9)~(13)混合。將此以磨粉機粉碎, 將此取一定量於金屬製之皿中, 以壓製機加壓成形, 製備粉底。

所得之粉底具高之紫外線遮蔽效果, 伸展性良好, 具有自然之結果。

## 實施例 20(兩用粉底)

(1) 實施例 11 記載之微粒 5.0 (重量%)

(2) 矽酮處理(\*2)雲母 其餘

(3) 矽酮處理(\*2)滑石 20.0

(4) 矽酮處理(\*2)氧化鈦 9.0

(5) 矽酮處理(\*2)氧化鐵(紅、黃、黑) 3.0

(6) 矽酮處理(\*2)微粒氧化鋅 30%

覆蓋之尼龍粉 8.0

(7) 二甲基聚矽氧烷(10000 cSt) 0.2

(8) 二甲基聚矽氧烷(6 cSt) 8.0

## 五、發明說明 ( 58 )

(9) 對甲氧基桂皮酸 2-乙基己酯	2.0
(10) 硬化油(辛克羅蠟)	1.0
(11) 防腐劑、香料	1.0

(\*2): 以甲基氫聚矽氧烷 2% 覆蓋之成分(1)~(6), 以懸剪混合機混合, 對於此混合物, 添加於 80°C 下加熱混合之成分(7)~(11)混合。將此以磨粉機粉碎, 將此取一定量於金屬製之皿中, 以壓製機加壓成形, 製備兩用粉底。

所得兩用粉底, 具高之紫外線遮蔽效果, 伸展性佳, 有自然之結果。

## 實施例 21(眼影粉餅)

(1) 實施例 12 記載之微粒	12.0 (重量%)
(2) 卵磷脂處理(*3)雲母	其餘
(3) 卵磷脂處理(*3)氧化鈦覆蓋雲母	6.0
(4) 矽酮處理(*4)群青	8.0
(5) 矽酮處理(*4)紺青	10.0
(6) 矽酮處理(*4)氧化鐵(紅、黃、黑)	2.0
(7) 球狀矽酮粉體(托斯巴耳(トスパール 145))	10.0
(8) 蘋果酸二異硬脂醯酯	3.0
(9) 硬化油(辛克羅蠟)	1.0
(10) 凡士林	1.0
(11) 防腐劑、香料	1.0

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 59 )

(\*3)：以大豆卵磷脂 5 % 覆蓋者

(\*4)：以甲基氫聚矽氧烷 2 % 覆蓋之成分(1)~(7)，以懸剪混合機混合，對於此混合物，添加於 80 °C 下加熱混合之成分(8)~(11)。以磨粉機將此粉碎，將此取一定量於金屬製之皿中，以壓製機加壓成形，製備眼影粉餅。

所得之眼影粉餅具高之紫外線遮蔽效果，伸展性佳，為具優越之發色性。

## 實施例 22(乳化型粉底)

(1) 實施例 13 記載之微粒	30.0 (重量%)
(2) 矽酮處理(*5)氧化鈦	2.5
(3) 矽酮處理(*5)氧化鐵(紅、黃、黑)	1.0
(4) 矽酮處理(*5)微粒氧化鋅	3.0
(5) 二甲基環聚矽氧烷	9.0
(6) 對甲氧基桂皮酸 2-乙基己酯	2.0
(7) 二甲基矽氧烷。甲基(聚氧乙烯)矽氧烷共聚物	1.0
(8) 甘油	2.0
(9) 乙醇	10.0
(10) 精製水	其餘

(\*5)：以甲基氫聚矽氧烷 2 % 覆蓋之

成分(1)~(4)，以懸剪混合機混合。另外將成分(5)~(7)混合，於其中加已預先混合之(1)~(4)，以攪拌機分散混合。於其中慢慢地花 30 分鐘一面攪拌一面添加(8)~(10)之

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 60 )

混合物，再以均勻混合機攪拌乳化 10 分鐘。將乳化物脫泡充填於瓶內，製備乳化型粉底。

所得之乳化型粉底，具高之紫外線遮蔽效果，伸展性佳，有自然之結果。

## 實施例 23(棒狀口紅)

(1) 實施例 12 記載之微粒	12.0 (重量%)
(2) 矽酮處理(*6)紅色 201 號	1.0
(3) 矽酮處理(*6)紅色 202 號	1.0
(4) 矽酮處理(*6)黃色 4 號鋁色澱	1.0
(5) 矽酮處理(*6)氧化鈦	1.0
(6) 石蠟	5.0
(7) 小燭樹蠟	10.0
(8) 巴西棕櫚蠟	9.0
(9) 異軟脂酸異丙酯	20.0
(10) 異壬酸異壬酯	15.0
(11) 蘋果酸二異硬脂醯酯	20.0
(12) 二甲基聚矽氧烷(1000 cSt)	5.0

(\*6)：以甲基氫聚矽氧烷 2% 覆蓋之成分(1)~(12)於 80 °C 下加熱均一地混合。混合物冷卻至 30 °C，以 3 支滾柱充分混合，再於 80 °C 加熱，流入成形用型內，使冷卻固化，製備棒狀口紅。

所得之棒狀口紅，具高紫外線遮蔽效果，伸展性佳，具

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 61 )

鮮明之發色。

於以下之實施例使用下記之 5 種作為醚變性矽酮，但本發明並非為下記所限。

(甲) 醚變性矽酮 A：

以通式(3)表示之二甲矽氧烷。甲基(聚氧乙烯)矽氧烷共聚物。但， $R^{11}=R^{12}$ =甲基， $R^{13}=H(OC_3H_6)b(OC_2H_4)aO(CH_2)p$  ( $a=7 \sim 15$ ， $b=0$ ， $p=3$ )， $m=50 \sim 100$ ， $n=1 \sim 5$ 。

(乙) 醚變性矽酮 B：

以通式(3)表示之二甲矽氧烷。甲基(聚氧乙烯)矽氧烷共聚物。但， $R^{11}=R^{12}$ =甲基， $R^{13}=H(OC_3H_6)b(OC_2H_4)aO(CH_2)p$  ( $a=2 \sim 5$ ， $b=0$ ， $p=3$ )， $m=20 \sim 30$ ， $n=2 \sim 5$ 。

(丙) 醚變性矽酮 C：

以通式(3)表示之二甲矽氧烷。甲基(聚氧乙烯)矽氧烷共聚物。但， $R^{11}=R^{12}$ =甲基， $R^{13}=H(OC_3H_6)b(OC_2H_4)aO(CH_2)p$  ( $a=0$ ， $b=7 \sim 13$ ， $p=3$ )， $m=4 \sim 10$ ， $n=1 \sim 6$ 。

(丁) 醚變性矽酮 D：

以通式(4)表示之十二基甲矽酮聚醇。但  $R^{21}$ =甲基， $R^{22}$ =十二基， $R^{23}=- (OC_2H_4)q-(OC_3H_6)r-OH$  ( $q=10 \sim 30$ ， $r=10 \sim 30$ )， $Q$ =三亞甲基， $x=0$ ， $y=30 \sim 70$ ， $z=1 \sim 6$ 。

(戊) 醚變性矽酮 E：

以通式(5)表示之烷基甘油基醚變性矽酮。但， $R^{31}=R^{32}=R^{33}$ =甲基， $R^{34}$ 之一為  $-A-OCH_2CH(OR^{41})CH_2OR^{42}$  ( $A=C_{11}H_{23}$ ， $R^{41}=R^{42}=H$ )，另外之  $R^{34}$ 為甲基， $s+t=60$ ，

## 五、發明說明 ( 62 )

u=4 。

## 實施例 24(面霜)

(1) 實施例 11 記載之微粒	30.0 (重量%)
(2) 醚變性矽酮 A (東道可尼公司製 SH-3775C)	1.5
(3) $\alpha$ -單甲基分支異硬脂醯甘油基醚	2.0
(4) 甲基聚矽氧烷(6 cSt)	6.0
(5) 對甲氧基桂皮酸 2-乙基己酯	4.0
(6) 硫酸鎂	0.5
(7) 甘油	5.0
(8) 對羥基苯甲酸丁酯	0.1
(9) 對羥基苯甲酸甲酯	0.1
(10) 香料	0.05
(11) 精製水	其餘

前記面霜以 SPF 分析儀測定之結果，SPF=23.0，PFA=9.5。

又，明白塗敷後無不自然之泛白，為紫外線遮蔽效果優越之化粧品。

## 實施例 25(乳液)

(1) 實施例 13 記載之微粒	30.0 (重量%)
(2) 醚變性矽酮 C	1.0

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線



五、發明說明 ( 63 )

(日本優尼卡公司製 FZ-2110C)	
(3) 醚變性矽酮 B	2.0
(信越矽酮公司製 KF-6015)	
(4) 醚變性矽酮 D	1.0
(東道可尼公司製 DC Q2-2500)	
(5) 甲基聚矽氧烷(6 cSt)	4.0
(6) 十甲基環戊矽氧烷	6.0
(7) 對甲氧基桂皮酸 2-乙基己酯	3.0
(8) 角鯊烷	1.5
(7) 甘油	4.0
(8) 對羥基苯甲酸丁酯	0.1
(9) 對羥基苯甲酸甲酯	0.1
(10) 香料	0.05
(11) 精製水	其餘

前記乳液以 SPF 分析儀測定之結果， SPF=19.0 ，  
PFA=8.5 。

又，塗敷後亦無不自然之泛白。

實施例 26(面霜)

(1) 實施例 12 記載之微粒	25.0 (重量%)
(2) 醚變性矽酮 E	1.5
(3) 醚變性矽酮 B	0.5
(信越矽酮公司製 KF-6015)	

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 64 )

(4) 甲基聚矽氧烷 (6 cSt)	6.0
(5) 十甲基環戊矽氧烷	5.0
(6) 對甲氧基桂皮酸 2-乙基己酯	3.5
(7) 4-甲氧基-4'-第三丁基苄醯基甲烷	2.0
(8) 角鯊烷	1.5
(9) 硫酸鎂	0.5
(10) 甘油	6.0
(11) 對羥基苯甲酸丁酯	0.1
(12) 對羥基苯甲酸甲酯	0.1
(13) 香料	0.05
(14) 精製水	其餘

前記面霜以 SPF 分析儀測定之結果，SPF=17.8，PFA=10.5。

又，塗敷後，無不自然之泛白。

產業上之可利用性

於本發明之紫外線遮蔽性微粒之分散體，使用藉由將含有 1 種或 2 種以上之具紫外線遮蔽能之無機物質粒子與選自變性矽酮及反應性矽酮之 1 種以上之矽酮系分散劑與矽油之混合原料液以粉碎機及/或高壓分散處理之簡便之製造方法製造。又，於本發明之紫外線遮蔽性微粒之粉末，用藉由將由前記之製造方法所得之紫外線遮蔽性微粒之分散體乾燥之簡便之製造方法製造。

根據前記之製造方法之紫外線遮蔽性微粒之分散體於紫

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 五、發明說明 ( 65 )

外線區顯現藉由微粒之散射及吸收能，表現高之遮蔽性。又，藉由將觸媒活性能高之紫外線遮蔽性微粒表面以實質上無觸媒活性之分散劑覆蓋，使紫外線遮蔽性微粒所具有之觸媒活性，實質上不使周圍之媒質劣化。又，根據前記之製造方法之紫外線遮蔽性微粒之粉末，若分散於液體或固體之媒質中，於紫外線區顯現藉由微粒之散射及吸收能，表現高之遮蔽性。又，觸媒活性能高之紫外線遮蔽性微粒表面，藉由以實質上無觸媒活性之分散劑覆蓋，使紫外線遮蔽性微粒所具有之觸媒活性實質上不使周圍之媒質劣化。

亦即，於本發明之紫外線遮蔽性微粒之分散體及其之粉末，由具有紫外線遮蔽能之無機粒子所成，微粒表面藉由以實質上無觸媒活性之矽酮系分散劑覆蓋，具有實質上無觸媒活性，於紫外線區為高遮蔽性、處理容易之特徵。又，於本發明之紫外線遮蔽性微粒，由於粒子表面由矽酮系分散劑覆蓋，所以摻合於油基劑化粧品亦均一旦穩定地分散，不發生化粧品基劑之劣化。將此微粒摻合於化粧品之情形，為滑動性佳，於肌膚上之伸展性優越，不生斑點同時透明性優越，無不自然之泛白，具高之紫外線遮蔽效果，且安全性、紫外線遮蔽能之穩定性高之化粧品。另外，於本發明之紫外線遮蔽性微粒，由於透明性優越，無損化粧品之色彩，而且對化粧品之摻含量之自由度高。

以上所述之本發明，顯然地存在著多種具同一性之範圍之物。如此之多樣性不被視為脫離本發明之意圖及範圍，

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 ( 66 )

此業者所了解之所有之變更，皆包含於以下之申請專利範圍之技術範圍內。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

## 四、中文發明摘要 (發明之名稱：紫外線遮蔽性微粒子，其製造方法及化粧品 )

本發明提供將含有具 1 種或 2 種以上之紫外線遮蔽能之無機物質粒子與選自變性矽酮及反應性矽酮之 1 種以上之矽酮系分散劑及矽酮油之混合原料液粉碎機處理及/或高壓分散處理為特徵之紫外線遮蔽性微粒子之分散體之製造方法及藉該製造方法製造之紫外線遮蔽性微粒子或其分散體。又，本發明提供紫外線遮蔽性微粒子之粉末製造方法。另外，提供紫外線遮蔽性微粒子之分散體或摻合粉末所成之化粧品。本發明之紫外線遮蔽性微粒子之分散體為由 1 種或 2 種以上之具紫外線遮蔽能之無機物質粒子所成之紫外線遮蔽性微粒子，其表面由選自變性矽酮及反應性矽酮之 1 種以上之矽酮系分散劑覆蓋，且以前記紫外線遮蔽性

## 英文發明摘要 (發明之名稱：ULTRAVIOLET SHIELDING FINE PARTICLES, METHOD FOR PRODUCING THE SAME, AND COSMETICS )

日文：紫外線遮蔽性微粒子、その製造方法および化粧品

The present invention provides a method for producing a material dispersed with ultraviolet shielding fine particles, characterized by subjecting a starting material liquid mixture comprising particles comprising one or more inorganic substances having shielding abilities against ultraviolet light, one or more silicone dispersants selected from modified silicones and reactive silicones, and a silicone oil to a mill treatment and/or a high-pressure dispersion treatment; and ultraviolet shielding fine particles or a material dispersed therewith, characterized by being produced by the above method. Also, the present invention provides a method of producing a powdery product of ultraviolet shielding fine particles, characterized by drying the material dispersed

## 四、中文發明摘要 (發明之名稱：)

微粒子之至少一部分作為該無機物質粒子之凝集粒子分散於矽酮油中為特徵。(相關之日本專利案係於 1996.5.30 提出申請)。

## 英文發明摘要 (發明之名稱：)

with ultraviolet shielding fine particles obtainable by the above method. Further, the present invention provides cosmetics comprising a material dispersed with ultraviolet shielding fine particles or a powdery product of the ultraviolet shielding fine particles. The material dispersed with ultraviolet shielding fine particles of the present invention is characterized in that the ultraviolet shielding fine particles comprise particles comprising one or more inorganic substances having shielding abilities against ultraviolet light, surfaces thereof being coated with one or more silicone dispersants selected from modified silicones and reactive silicones, and that at least a part of the ultraviolet shielding fine particles is dispersed in a silicone oil as aggregated particles of the particles comprising inorganic substances.

## 六、申請專利範圍

1. 一種紫外線遮蔽性微粒之分散體之製造方法，其特徵為係以將含有 1 種或 2 種以上之具紫外線遮蔽能之無機物質粒子與選自變性矽酮及反應性矽酮之 1 種以上之矽酮系分散劑與矽油之混合原料液以粉碎機處理及/或高壓分散處理，以使上述紫外線遮蔽性微粒分散於上述矽油中。
2. 根據申請專利範圍第 1 項之紫外線遮蔽性微粒之分散體之製造方法，其係使該紫外線遮蔽性微粒實質上不具觸媒活性。
3. 根據申請專利範圍第 1 項之紫外線遮蔽性微粒之分散體之製造方法，其係以該紫外線遮蔽性微粒之平均之分散粒徑為 0.01~5.0 微米。
4. 根據申請專利範圍第 1 項之紫外線遮蔽性微粒之分散體之製造方法，其係含有該紫外線遮蔽性微粒 0.1~40 重量%。
5. 根據申請專利範圍第 1 項之紫外線遮蔽性微粒之分散體之製造方法，其中該具紫外線遮蔽能之無機物質為選自  $\text{TiO}_2$ 、 $\text{ZnO}$ 、 $\text{CeO}_2$ 、 $\text{BaTiO}_3$ 、 $\text{CaTiO}_3$ 、 $\text{SrTiO}_3$  及  $\text{SiC}$  之 1 種以上之粒子。
6. 根據申請專利範圍第 1 項之紫外線遮蔽性微粒之分散體之製造方法，其中該具紫外線遮蔽能之無機物質粒子為由  $\text{TiO}_2$  粒子及  $\text{ZnO}$  粒子所成。
7. 根據申請專利範圍第 1 項之紫外線遮蔽性微粒之分散體之製造方法，其中該矽酮系分散劑為選自噁唑啉變

## 六、申請專利範圍

- 性矽酮、胺基變性矽酮及聚醚變性矽酮之 1 種以上之矽酮化合物。
8. 根據申請專利範圍第 1 項之紫外線遮蔽性微粒之分散體之製造方法，其以於製備該混合原料液時，及/或粉碎機處理及/或高壓分散處理中或處理後，再添加與該矽油之互溶性佳之極性溶劑為特徵。
  9. 一種紫外線遮蔽性微粒之粉末之製造方法，其特徵為係將藉由根據申請專利範圍第 1~8 項中任一項之製造方法所得之紫外線遮蔽性微粒之分散體乾燥。
  10. 一種紫外線遮蔽性微粒之粉末，其係藉由根據申請專利範圍第 9 項之製造方法製造。
  11. 一種化粧品，其係將根據申請專利範圍第 10 項之紫外線遮蔽性微粒之粉末摻合所成。
  12. 一種紫外線遮蔽性微粒之分散體，其特徵為係為由 1 種或 2 種以上之具紫外線遮蔽能之無機物質粒子所成之紫外線遮蔽性微粒，其表面由選自變性矽酮及反應性矽酮之 1 種以上之矽酮系分散劑覆蓋，且前記紫外線遮蔽性微粒之至少一部分作為該無機物質粒子之凝集之凝集粒子，分散於矽油中。
  13. 一種化粧品，其係將根據申請專利範圍第 12 項之紫外線遮蔽性微粒之分散體摻合所成。
  14. 根據申請專利範圍第 12 項之紫外線遮蔽性微粒之分散體，其含有該紫外線遮蔽性微粒 0.1~40 重量%。
  15. 根據申請專利範圍第 12 或 14 項之紫外線遮蔽性微粒



## 六、申請專利範圍

之分散體，其該紫外線遮蔽性微粒之平均之分散粒徑為 0.01~5.0 微米。

裝  
訂

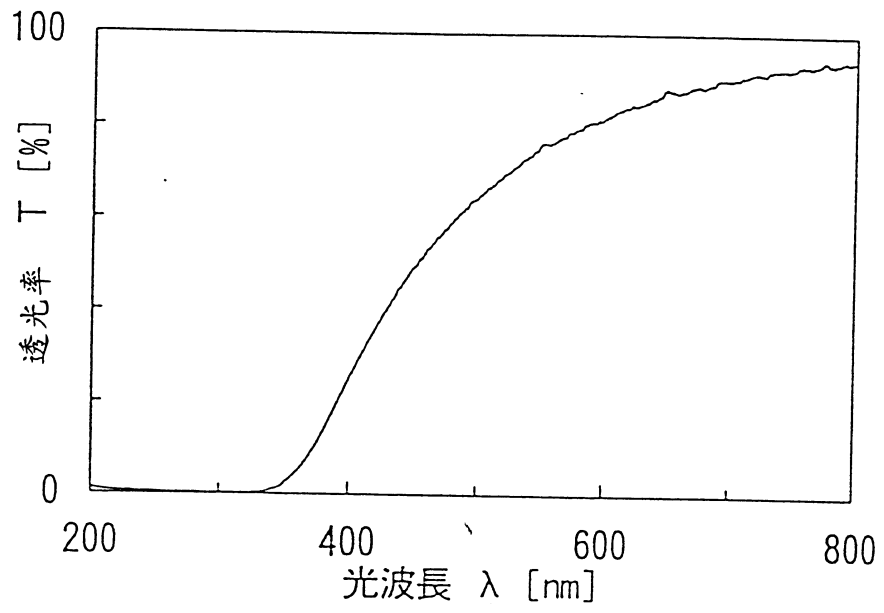


圖 1

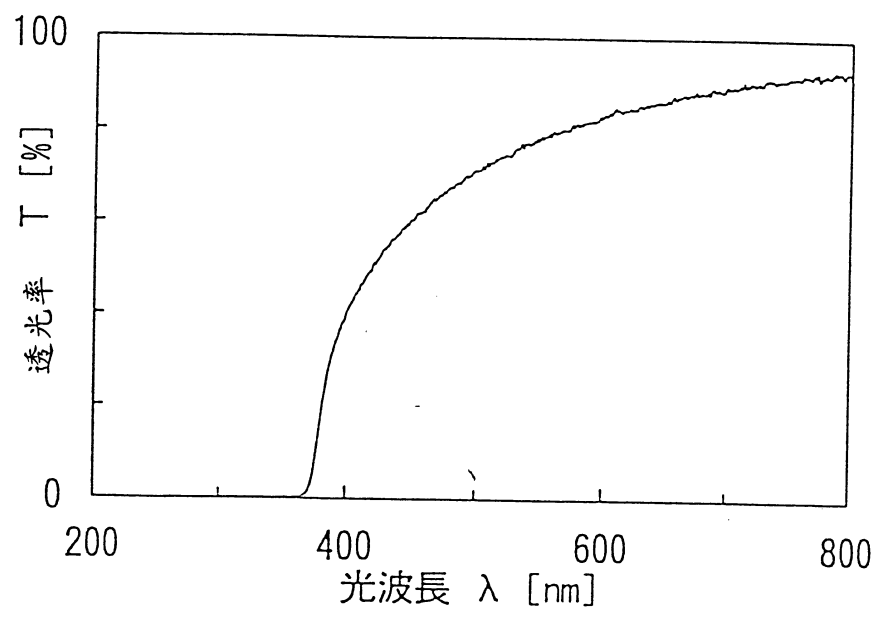


圖 2

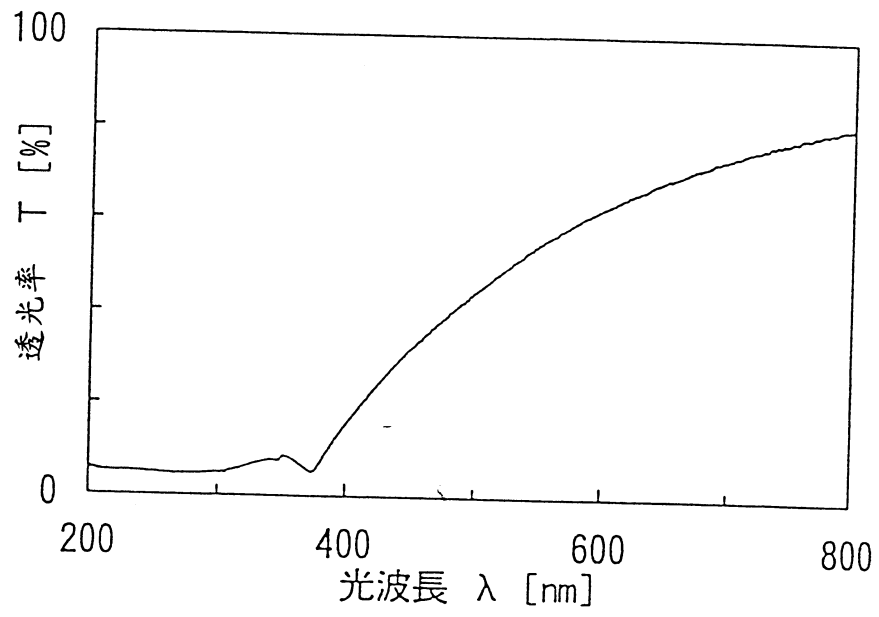


圖 3

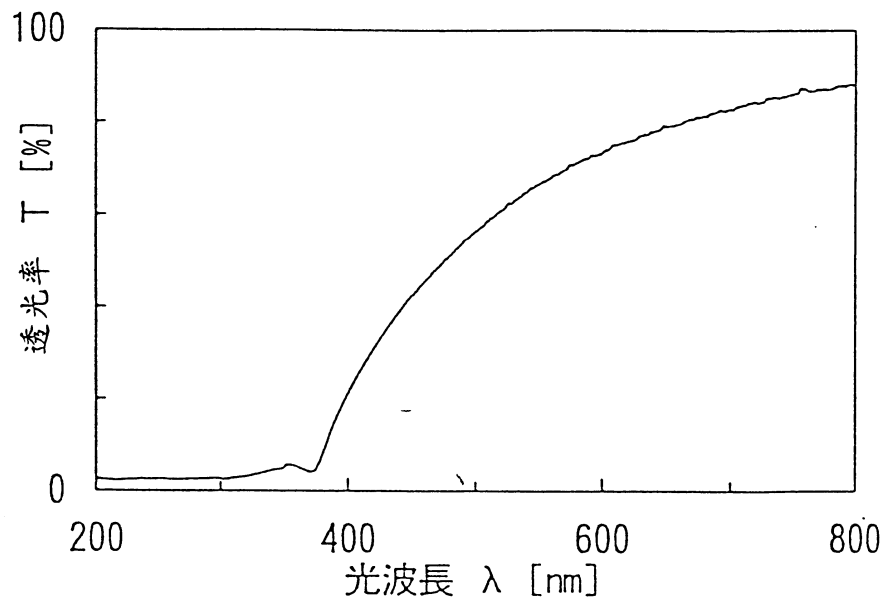


圖 4

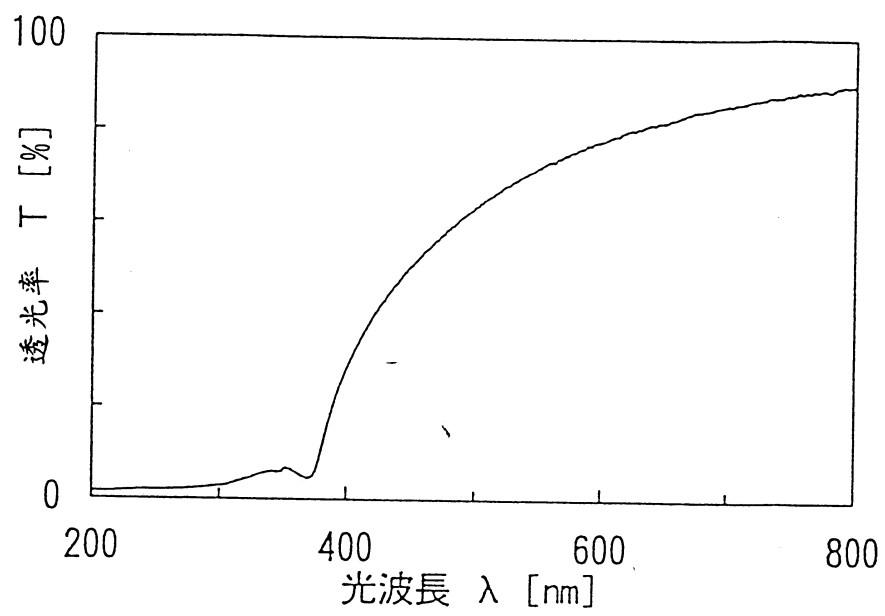


圖 5

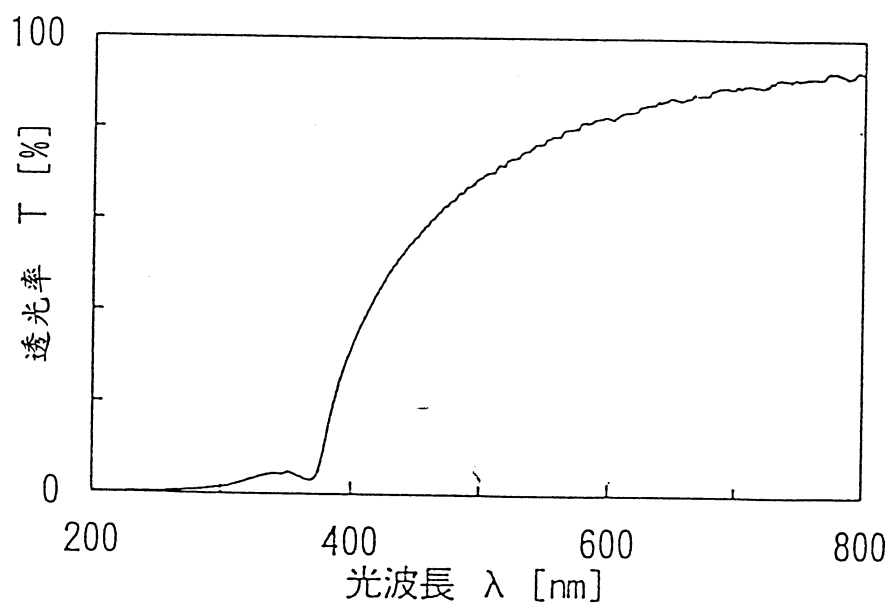


圖 6

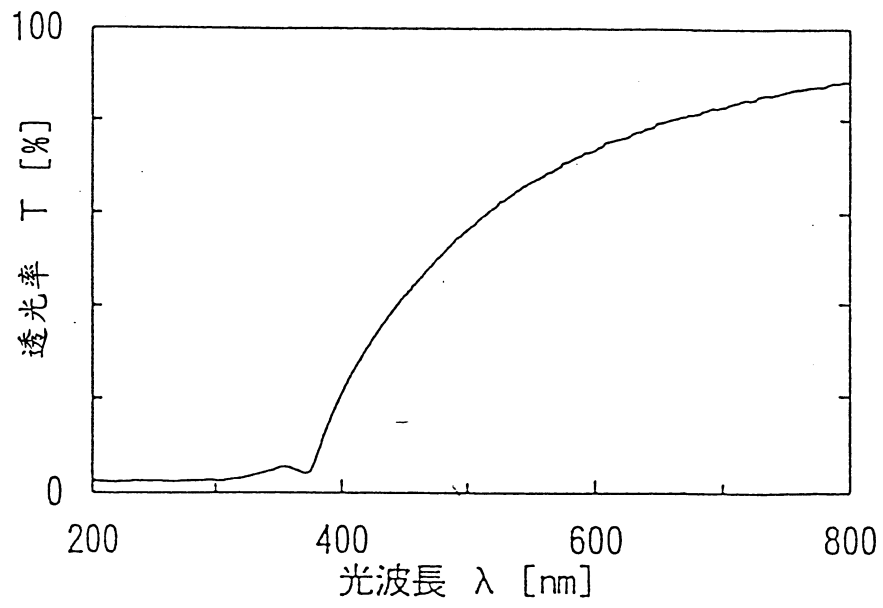


圖 7



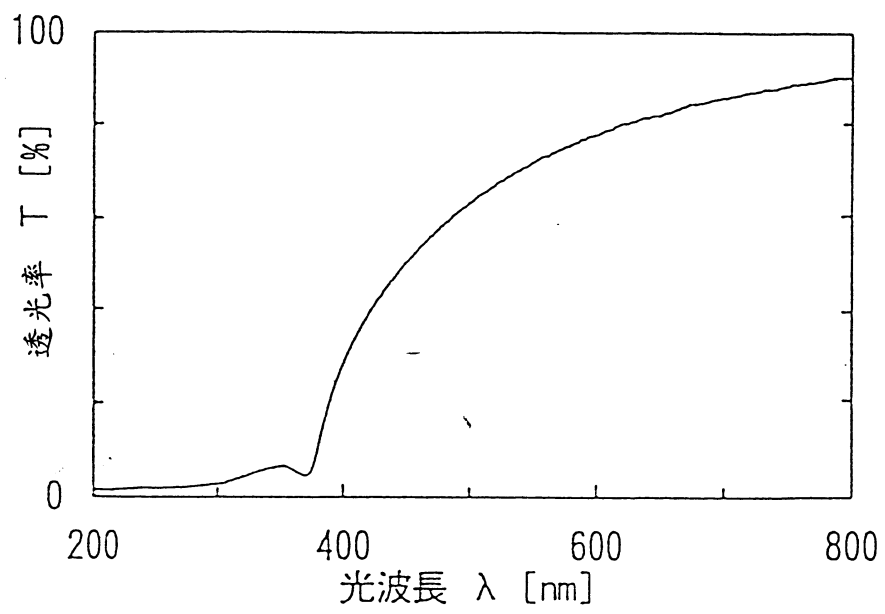


圖 8

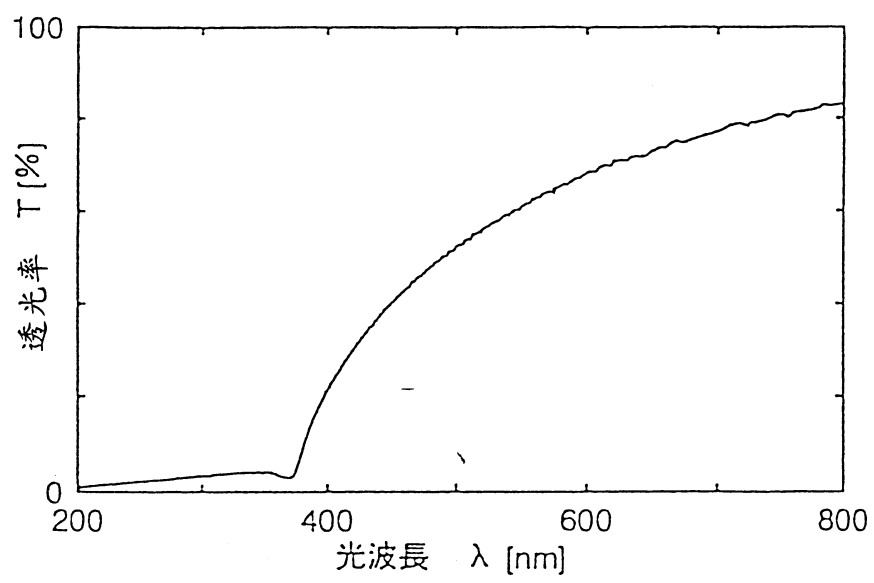


圖 9